

THESE

présentée

à la Faculté des Sciences de l'Université de Nancy
pour obtenir le grade de

DOCTEUR ES SCIENCES

par

Yves DESALOS

Ingénieur ENSMIM — Licencié ès Sciences

SUJET

**Contribution à l'étude de l'adhésion métallique
sous vide, à température ambiante.**

Soutenue le Septembre 1970, devant la Commission d'Examen

JURY :

MM.	J. GOSSE	Président
	M. GERL	} Examineurs
	D. PAULMIER	



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41551908_0001

THESE

présentée

à la Faculté des Sciences de l'Université de Nancy

pour obtenir le grade de

DOCTEUR ES SCIENCES

par

Yves DESALOS

Ingénieur ENSMIM — Licencié ès Sciences

SUJET

**Contribution à l'étude de l'adhésion métallique
sous vide, à température ambiante.**

Soutenue le Septembre 1970, devant la Commission d'Examen

JURY :

MM.	J. GOSSE	Président
	M. GERL	} Examineurs
	D. PAULMIER	



ANNEE SCOLAIRE 1969/70

DOYEN : M. AUBRY

ASSESSEUR : M. GAY

Doyens honoraires : MM. CORNUBERT - ROUBAULTProfesseurs honoraires : MM. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JOLY - LAPORTE - EICHBORN -
CAPELLE - GODEMENT - L. SCHWARTZ - DUBREIL - DIEUDONNE - LETORT - DODE - GAUTHIER -
GOUDET - OLMER - CORNUBERT - CHAPELLE - GUERIN - WAHL -Maîtres de Conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET -- PROFESSEURS -

MM. ROUBAULT	Géologie	GAYET	Physiologie
VEILLET	Biologie Animale	HADNI	Physique
BARRIOL	Chimie théorique	* BASTICK	Chimie
BIZETTE	Physique	DUCHAUFOUR	Pédologie
GUILLIEN	Electronique	GARNIER	Agronomie
LEGRAS	Mécanique rationnelle	NEEL	Chimie organique
BOLFA	Minéralogie		industrielle
NICLAUSE	Chimie	BERNARD	Géologie appliquée
FAIVRE	Physique appliquée	* CHAMPIER	Physique
AUBRY	Chimie minérale	* GAY	Chimie biologique
COPPENS	Radiogéologie	STEPHAN	Zoologie
DUVAL	Chimie	* CONDE	Zoologie
FRUHLING	Physique	* WERNER	Botanique
HILLY	Géologie	EYMARD	Calcul différentiel et
LE GOFF	Génie chimique		intégral
SUHNER	Physique expérimentale		
CHAPON	Chimie biologique	FELDEN	Physique
HEROLD	Chimie minérale	* GOSSE	Mécanique physique
	industrielle	* DAVOINE	Physique (ENSMIM)
SCHWARTZ B.	Exploitation minière	HORN	Physique (1° cycle)
MALAPRADE	Chimie	* ROCCI	Géologie
* MANGENOT	Botanique	* Mme LUMER	Mathématiques
		DELPUECH	Chimie Physique
		Mlle HUET	Analyse Supérieure
		BLAZY	Minéralogie Appliquée

N... Chimie biologique

N... Mécanique appliquée

N...

N... Méthodes mathématiques de la physique

N... Mécanique rationnelle

(*) Professeur titulaire à titre personnel

- PROFESSEURS SANS CHAIRE -

Mme BASTICK	Chimie P.C. Epinal	BALESDENT	Thermodynamique, Chimie Appliquée (ENSIC)
MM. GUDEFIN	Physique	JANOT	Physique P.C. Epinal
VUILLAUME	Psychophysiologie	CACHAN	Entomologie appl. (ENSA)
FRENTZ	Biologie Animale	JACQUIN	Pédologie et Chimie agri.
MARI	Chimie (ISIN)	MAINARD	Physique M.P.
DEVIOT	Physique du solide	MARTIN	Chimie P.C.
FLECHON	Physique P.C.	PAULMIER	Mécanique Expérimentale
VIGNES	Métallurgie	PROTAS	Minéralogie
JURAIN	Géologie C.B.G.	RIVAIL	Chimie Appliquée (CUCES)
		DEPAIX	Probabilités et Statistique

- MAITRES DE CONFERENCES -

MM. VILLERMAUX	Génie chimique	GILORMINI	Mécanique flui.(ISIN)
METCHE	Biochimie appliquée (Brasserie)	HILY	Mathématiques P.C.
BAUMANN	Physique 1° Cycle	CASTRO	Chimie organique
DURAND	Physique	DEXHEIMER	Botanique
GRANGE	Physique (ISIN)	NOVERRAZ	Mathématiques
BAVEREZ	Chimie (ENSIC)	TOURET	Géologie
CHAMBON	Exploitation Minière (Mines)	N...	Math. Appliquées
HUSSON	Physique (ENSEM)	N...	Mathématiques
WEISSLINGER	Physique	N...	Mathématiques
GERL	Physique (ENSMIM)	N...	Physiologie animale
ROQUES	Chimie Minérale	N...	Chimie (ENSIC)
PERRIER	Mathématiques	N...	Laiterie (Ecole Lait.)
		N...	Chimie organique
		N...	Math. appliquées

- CHARGES D'ENSEIGNEMENT -

MM. AMARIGLIO - COEURE - DAVRAINVILLE - GIRARDEAU - OVAERT - RUYER - WEBER -
PUJOL - SCHREIBER -

o o

o

- P R E F A C E -

Le présent travail a été effectué d'octobre 1965 à septembre 1970, au Laboratoire naissant de Mécanique et Energétique des Surfaces de l'Ecole Nationale Supérieure d'Electricité et de Mécanique.

J'exprime ma sincère reconnaissance à Mr le Professeur PAULMIER et à tous ceux dont l'aide ou les attentions ont compensé les soucis liés au manque de matériel métallographique et aux débuts difficiles du Laboratoire.

Que Messieurs les Professeurs CHAMPIER, VIGNES et ROQUES trouvent ici l'expression de ma gratitude pour la bienveillance avec laquelle ils ont mis certains appareils à notre disposition, de même que Monsieur SOUTTER pour la réalisation précipitée des clichés métallographiques.

Je tiens enfin à remercier tout spécialement Mr le Professeur GOSSE, Directeur de l'E.N.S.E.M. et Monsieur GERL, Professeur à l'E.N.S.M.I.M. et à l'E.N.S.E.M. d'avoir bien voulu s'intéresser au présent sujet et accepter de faire partie du jury.

o

o

c

- TABLE DES MATIERES -

	page
Introduction	3

CHAPITRE I : EXPOSÉ DES TRAVAUX ANTERIEURS	3
A. Les premières investigations et les corrélations mécaniques	4
B. Les travaux plus généraux de KELLER et son équipe	8
1/ Traitement de l'interface à partir du concept d'énergie d'adhésion	10
2/ Traitement des interfaces par la théorie des solutions	10
3/ Traitement des interfaces à partir des forces de dispersion et électrostatiques.....	11
4/ Traitement de l'interface mettant l'accent sur la rupture	12
C. Etudes sur la contamination	13
1/ Surfaces décontaminées par chauffage sous vide à haute température	14
2/ Surfaces propres obtenues par rupture sous ultra- vide	15
3/ Surfaces décontaminées par effet de champ	18
4/ Surfaces décontaminées par bombardement ionique .	19
5/ Surfaces décontaminées par abrasion mécanique sous vide	21
D. Autres facteurs susceptibles d'influencer l'adhésion sous vide	24
1/ Orientation cristalline	24
2/ Déformation plastique superficielle	27
3/ Déformation plastique superficielle sous haut-vide	39

CHAPITRE II : MONTAGE EXPERIMENTAL ET PRESENTATION GENERALE DES ESSAIS	31
A. Montage et processus experimentaux	31
1/ Enceinte à vide et obtention de très basses pressions.	31
2/ Echantillons	32
3/ Application des forces	33
4/ Dispositif de sciage	44
5/ Dispositif de mesure des déplacements horizontaux et des déformations de l'échantillon	34
6/ Mesure des résistances électriques des échantillons de type a et b	34
7/ Analyseur de gaz	34
8/ Dispositif de sublimation	34
9/ Dispositifs annexes de préparation des échantillons .	35
10/ Autre montage expérimental	35
B. Présentation générale des essais effectués	36

CHAPITRE III : EXPOSE COMMENTE DES PRINCIPAUX ESSAIS REALISES	39
A. Essais préliminaires à l'atmosphère	39
B. Echantillons testés sous ultra-vide et usinés en 3 parties à l'atmosphère	41
1/ Echantillons en cuivre	41
a - Influence d'un frottement mutuel de surfaces con- taminées	41
b - Influence du temps sous charge et du niveau de com- pression	41
c - Influence de la température	43
d - Influence de la contamination des surfaces d'adhé- sion au vide de l'enceinte	44
e - Mesures électriques	45
2/ Echantillon de magnésium	47

C. Echantillons usinés en 2 parties à l'atmosphère et testés sous vide (10^{-9} torr)	47
1/ Essais sur l'aluminium	48
2/ Echantillon de cuivre	49
3/ Echantillons d'argent	51
D. Echantillons rompus in situ sous ultra vide	52
1/ Echantillons d'aluminium	55
a- Rupture initiale	55
b- Etude comparative de l'adhésion obtenue au 1er essai pour chaque échantillon	56
α) Rétablissement de l'aire interfaciale	56
β) Niveau de compression	57
γ) Très forte taille initiale du grain	59
c- Evolution de l'adhésion d'un même échantillon au cours d'essais successifs	60
d- Influence de la contamination des surfaces d'adhésion	61
α) Films chimisorbés	61
β) Films physisorbés dans l'enceinte	62
e- Influence de la vitesse de déformation et des paliers ^{en compression} ou en traction	63
f- Influence du niveau de compression et du temps sous charge	64
g- Influence de la température	65
h- Quelques remarques sur les mesures électriques..	67
2/ Echantillons de cuivre	68
a- Rupture initiale-influence de la forme de l'entaille	68
b- Etude comparative de l'adhésion obtenue au 1er essai	69
c- Evolution de l'adhésion d'un même échantillon au cours d'essais successifs	72
d- Influence de la contamination des surfaces d'adhésion	76
α) Films chimisorbés	76
β) Films physisorbés dans l'enceinte	77

1

2

3

4

5

6

7

8

9

e- Influence du temps sous charge	78
f- Remarques sur les mesures électriques	80
3/ Echantillons complémentaires, magnésium, argent, nickel, laiton	80
a- Magnésium	80
b- Nickel	82
c- Argent	84
d- Laiton partiellement dézincifié.....	85
4/ Analyse des gaz résiduels et désorbés sous contraintes	87
E. Essais sous vide d'échantillons sciés in situ	90
1/ Essais sans sublimation de titane	91
a- Echantillons d'aluminium	91
α) Influence des différents paramètres envisagés en D	91
β) Influence particulière de la contamination interfaciale	94
γ) Influence d'une prétraction avant sciage et d'un sciage prolongé	95
δ) Essai sur le monocristal 65	96
b- Echantillons complémentaires	96
2/ Essais avec sublimation de titane	98
F. Essais sous vide de rubans d'aluminium	101
1/ Essais dans l'enceinte principale	101
2/ Essais sur le 2ème montage expérimental	102



CHAPITRE IV : INTERPRETATION GENERALE DE NOS RESULTATS.	106
A - Distribution des contraintes et des déformations à l'interface d'adhésion	106
1/ Surfaces usinées à l'atmosphère	106
a- Modèles de contacts de surfaces.....	106
α) Contacts purement élastiques	107
β) Domaine élasto-plastique	109
γ) Relaxation élastique superficielle	113
δ) Influence de la structure superficielle sur les modèles de contact	114
b- Lignes et bandes de glissement	116
α) Rappels sur les conditions de glissement des monocristaux cubiques à faces centrées	117
β) Développement des lignes de glissement sur un polycristal cubique-à faces-centrées	118
c- Influence des lignes de glissement dans la formation d'un joint d'adhésion	120
2/ Echantillons rompus initialement sous vide	121
a- Influence de la rupture initiale	121
α) Considérations géométriques	121
β) Considérations structurales	122
b- Compression des échantillons d'aluminium	123
c- Compression des échantillons en cuivre et autres métaux utilisés	127
3/ Compression des échantillons sciés in situ	128
a- Perturbations superficielles causées par le sciage	128
b- Compression des échantillons sciés sous vide	130
4/ Distribution des contraintes de compression pour les rubans d'aluminium	131
B - Comportement des couches superficielles	132
1/ Caractéristiques de l'oxyde superficiel	132
2/ Influence du film d'oxyde sur les glissements superficiels ..	135
3/ Déformations interfaciales et établissement de l'adhésion ..	137
a- Distances d'interaction	137
b- Surfaces d'adhésion usinées à l'atmosphère	138
c- Surfaces d'adhésion obtenues par rupture sous vide	139
d- Echantillons sciés	140

C - Croissance du joint d'adhésion	141
1/ Phase de fluage sous la compression maximum	141
2/ Influence des mécanismes diffusionnels	144
a- Défauts ponctuels créés par la déformation plastique	144
α) Mécanismes de création	144
β) Elimination des défauts ponctuels	145
γ) Influence des lacunes créées par écrouissage sur la montée des dislocations	147
b- Influence de la diffusion massique sur l'adhésion des échan- tillons d'aluminium	148
c- Diffusion préférentielle le long des joints, sous-joints, dislocations	148
d- Diffusion par imbrication des lamelles de glissement interfaciales	149
e- Approximation de la diffusion interfaciale par la diffusion superficielle	151
f- Croissance du joint d'adhésion par diffusion assistée par les interactions des 2 réseaux	152
D - Rupture du joint d'adhésion	155
V - CONCLUSION	157

- A N N E X E -

Figures 1 à 7

Courbes 1 à 11

Planches I à XXXIII

o

o

o

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'ADHESION METALLIQUE SOUS VIDE

A TEMPERATURE AMBIANTE.

000

INTRODUCTION

Le présent travail est né d'une suggestion du C.N.E.S. d'étude de frottement métallique sous haut vide à la suite de préoccupations spatiales : grippage dans l'espace de paliers, vannes, antennes, contacts électriques ...

Les premières recherches bibliographiques, notamment les conceptions généralement admises de BOWDEN et ses collaborateurs {1} sur le frottement résultant de micro-adhésions, nous ont assez rapidement conduit à l'étude plus générale de l'adhésion métallique.

De fait, outre le frottement, de multiples phénomènes comme le frittage (métallurgie des poudres), la diffusion à l'interface de couples métalliques, la formation et la migration de joints de grain ou de limites entre phases, ainsi que les mesures d'énergie libre interfaciales font plus ou moins directement intervenir la notion d'adhésion. De façon plus générale, cette dernière est susceptible de contribuer à la compréhension du comportement des surfaces métalliques avec ou sans revêtement et par suite d'intéresser des domaines d'investigation comme la catalyse, l'oxydation ou la corrosion. En outre, certains aspects pratiques du problème sont apparus, d'une part avec la possibilité de réaliser des soudures saines sans altération thermique de la zone interfaciale et d'autre part avec la possibilité d'assembler dans l'espace des ensembles métalliques préfabriqués sans apport calorifique

Intuitivement, deux conditions semblent préalables à l'adhésion de deux surfaces métalliques : leur "propreté" et leur rapprochement au niveau atomique au moins en certains points. D'où l'idée d'opérer dans le vide le plus poussé possible et de comprimer suffisamment les surfaces considérées. Il semble en outre, nécessaire d'agir sur les inévitables films contaminants superficiels qui s'opposent ou modifient les interactions atomiques directes métal-métal.

Certains investigateurs ont préféré contrôler l'état de surface initial par polissage mécanique, chimique ou électrolytique, et débarrasser plus ou moins la surface de ses derniers contaminants, soit par abrasion mécanique sous haut vide, soit par bombardement ionique et électronique. Ces premiers travaux ayant mis surtout l'accent sur l'influence de la contamination, d'autres chercheurs ont préféré opérer sur des surfaces obtenues in situ sous haut vide par clivage ou rupture en traction, tout en perdant le contrôle de la topographie de l'aire effective de contact.

Cependant, cette première option entre une bonne caractérisation de la surface aux dépens de sa contamination ou une grande "propreté" aux dépens d'une caractérisation précise, ne suffit pas à expliquer la surprenante divergence des résultats. Le rapprochement intime des surfaces entraîne au niveau des zones élémentaires de contact des déformations élastiques et plastiques très inhomogènes et difficilement évaluables dont les répercussions sur l'établissement et la rupture de l'adhésion deviennent prépondérantes. Par ailleurs, de nombreuses études ont montré que ces déformations superficielles dépendaient non seulement des traitements mécaniques et thermiques des surfaces antérieurs et du comportement massique sous-jacent, mais également à moindre titre, de l'environnement gazeux. On conçoit dès lors l'importance du montage et du processus expérimental, voire même, du fait de l'impossibilité de contrôler simultanément tous les paramètres, la dispersion des résultats de certains auteurs pour un même processus expérimental.

- - - -

CHAPITRE 1

EXPOSE DES PRINCIPAUX TRAVAUX ANTERIEURS

ooo

Compte tenu des importantes implications spatiales du sujet et de leurs échéances rapprochées, la plupart des travaux effectués à ce jour et les crédits importants alloués correspondent à des contrats de la NASA depuis une dizaine d'années aux Etats-Unis.

Un rapport de synthèse assez complet des différentes recherches effectuées jusqu'en juin 1966 sur le soudage des surfaces dans l'environnement spatial a été publié par Evans et Monroe { 2 } . Ce rapport fait état des résultats obtenus à la Hughes Aircraft Company { 3 } , à la National Research Corporation { 4 } et au Midwest Research Institute { 5 } aux Etats-Unis, par Golego en URSS { 6 } , ainsi que des études plus fondamentales poursuivies notamment par l'équipe de Bowden à l'Université de Cambridge et celle de Keller à l'Université de Syracuse { 7 } . S'y trouvent également des tableaux résumés des valeurs expérimentales d'adhésion et de frottement obtenues pour différents couples métalliques et différentes conditions expérimentales, où apparaissent surtout la grande diversité de ces dernières et la difficulté d'une exposition résumée.

La seconde référence bibliographique de base est l'ouvrage intitulé "Adhesion or Cold Welding of Materials in Space Environments", publié par l'ASTM et qui correspond à la conférence conjointe de l'ASTM et de l'ASLE tenue à Toronto en mai 1967.

Il est délicat de séparer les conclusions parfois contradictoires de l'exposé des conditions expérimentales précises et trop fastidieux de résumer toutes les publications reçues : aussi nous contenterons-nous d'en exposer les principales regroupées par tendance.

A - LES PREMIERES INVESTIGATIONS ET LES CORRELATIONS MECANIQUES.

Dès 1950, Mc FARLANE et TABOR {8} ont observé que *l'auto-adhésion à l'air et à la température ambiante de l'indium*, métal mou, ductile, couvert d'une couche d'oxyde fine donnait lieu à des coefficients d'adhésion $\left(\frac{\text{Force normale de séparation}}{\text{Force normale de compression initiale}} \right)$ voisins de un, et même supérieurs en présence de microcisaillements. Plus tard, BOWDEN et ROWE {7,c} ont cherché à généraliser les résultats précédents à des métaux plus durs en opérant sous haut vide ($\sim 10^{-8}$ torr) avec des échantillons préalablement chauffés à évaporation *in situ*. Après quelques heures sous haut vide (10^{-6} torr) la contamination réduisait beaucoup l'adhésion de métaux comme le platine, le nickel ou l'argent. Cependant, l'adhésion de l'or restait pratiquement inchangée après 2 heures sous haut vide, et même survivait en faible partie à quelques minutes d'exposition à l'air. Le frottement de deux surfaces sous faible charge à température ambiante, croît lentement avec la température du dégazage préalable, et ceci jusqu'à une température de dégazage voisine de celle d'évaporation du métal; pour ce dernier dégazage la valeur très élevée et peu reproductible du frottement s'accompagne d'une adhésion importante. En général, l'évaporation du métal s'est trouvée nécessaire pour arracher le film contaminant superficiel. D'autre part, une force tangentielle appliquée aux échantillons comprimés accroît fortement l'aire effective de contact et l'adhésion des métaux préalablement nettoyés par évaporation.

Reprenant la théorie proposée par Mc Farlane et Tabor (la relaxation des contraintes élastiques au niveau des multiples microzônes de contact supposées hémisphériques romprait l'adhésion au-delà d'un certain retrait), les auteurs proposent une relation approchée entre les coefficients d'adhésion et de frottement pour les relativement faibles charges utilisées. *Les métaux ductiles accommoderaient plastiquement le retrait critique de rupture des jonctions élémentaires.* Cette hypothèse a été confirmée sur du platine comprimé à 730°C. L'adhésion mesurée est encore accrue si la mesure est effectuée après refroidissement à température ambiante.

Par ailleurs la contamination superficielle a beaucoup moins d'influence sur les mesures d'adhésion à haute température. A l'air, par exemple, une bille d'acier ne présente guère d'adhésion sur de l'étain à température ambiante alors qu'elle en présente une importante à 210°C malgré l'épais film d'oxyde. Les auteurs en concluent que le recuit des jonctions d'aspérités sévèrement écrouies devrait permettre d'observer des coefficients d'adhésion voisins de un pour tous les métaux.

Bowden et Rowe ont donc été conduits à l'étude de l'activation thermique de l'auto-adhésion sur différents métaux, l'influence de la vitesse de décharge étant éliminée par refroidissement à la température ambiante avant la mesure de décohésion. Ils ont montré que, pour un temps sous compression donné, l'adhésion d'échantillons d'un même métal croît très vite avec la température au-delà d'un certain seuil. Pour une température de compression déterminée cette adhésion croît également avec le temps sous charge mais l'influence s'atténue au-delà d'un certain temps comme le laisse présager l'influence dominante d'un recuit. Le processus d'adhésion serait alors assez voisin du frittage.

La conclusion des auteurs est que la contamination n'est pas le facteur essentiel. La différence de comportement des métaux les plus durs est attribuée à la relaxation des contraintes élastiques lors de la décharge, au niveau des microzônes de contact, celles-ci ne subsistant que si leur étranglement est inférieur à quelques pour cents. L'évolution de l'aire de contact apparaît donc comme essentielle et explique l'influence de microcisaillements, du recuit des aspérités écrouies, de la rugosité des surfaces. Avec du mica clivé, où il est possible d'obtenir des surfaces moléculairement lisses, on a ainsi obtenu de très fortes adhésions dans le haut vide sous faible compression normale (Bayley et Courtney-Pratt {9} ou même sans aucune compression (Bryant {10} , Bowden {11}).

Les travaux précédents et d'autres plus récents {1} ayant montré que les cisaillements pouvaient disloquer l'oxyde dans la zone écrouie sous la surface, SIKORSKI {12} a utilisé à l'air un dispositif de torsion-compression pour établir des corrélations entre le coefficient d'adhésion et différentes propriétés physiques et mécaniques des métaux. La non reproductibilité des valeurs d'adhésion a exigé des méthodes statistiques et des moyennes. Une première corrélation a été établie entre le coefficient d'adhésion et le coefficient de frottement.

L'auteur a ensuite montré que le coefficient d'adhésion des métaux cubiques à faces centrées et cubiques centrés était sensiblement inversement proportionnel à leur dureté respective et que les métaux de structure hexagonale étaient caractérisés, indépendamment de leur dureté, par des adhésions beaucoup plus faibles que les structures précédentes. Ce dernier comportement serait imputable au moins grand nombre de systèmes de glissements cristallins donnant lieu à une déformation plastique moins efficace pour rompre les barrières superficielles.

En général, d'un métal à l'autre, le coefficient d'adhésion décroît lorsque croît le module élastique, et croît avec le volume atomique. Cependant, la structure électronique joue parfois un plus grand rôle que la taille atomique.

Par ailleurs, le coefficient d'auto-adhésion des métaux cubiques décroît dans l'ordre croissant des températures de recristallisation (voir également Semenov { 13 }).

L'énergie d'adhésion des différents métaux est sensiblement proportionnelle à leur dureté Vickers. Le rapport de l'énergie d'adhésion à la dureté pris en considération par Rabinowicz { 14 } range par ailleurs les métaux cubiques sur une courbe croissante différente de celle sur laquelle se rangent les métaux hexagonaux.

La pureté du métal pourrait enfin nettement affecter ses aptitudes à l'adhésion : accroissement de 300% de l'adhésion du cuivre dans des conditions déterminées (températures moyennes) lorsque la pureté du métal passe de 99,98 à 99,999%.

Plus récemment, CZISHOS { 15 } a cherché à établir une corrélation entre la structure électronique des métaux et leurs caractéristiques de frottement au laminage dans le domaine élastique. L'adhésion serait faible pour les métaux de transition, moyenne pour les métaux nobles et forte pour les métaux du groupe B. Par ailleurs, le nombre et l'origine atomique des électrons susceptibles d'intervenir dans la liaison d'adhésion affecteraient la force de cette dernière.

BRYANT et al { 16 } et { 17 } ont étudié le soudage à froid sous ultra vide de couples métalliques employés dans l'espace (acier inoxydable, alliage d'aluminium, alliage de titane) en mesurant l'angle de l'interface avec l'horizontale au moment où les 2 parties du couple glissent l'une sur l'autre sous l'effet de la pesanteur. Ils ont montré que jusqu'à des températures modérées il n'y avait pas d'adhésion entre 2 surfaces métalliques faiblement comprimées, que celles-ci soient soigneusement polies ou conservent leur texture de laminage et après des traitements tels qu'un étuvage de 100 heures à 350°C sous haut vide ou une exposition de 1000 H à l'ultra vide. Les auteurs en concluent que sous les faibles charges, bien inférieures à la limite élastique globale du métal, le contact n'est réalisé qu'au ni-

veau d'aspérités superficielles sur des diamètres de l'ordre du micron et ne peut croître que par un processus de diffusion analogue au frittage à une température au moins de l'ordre des $2/3$ de la température absolue de fusion du métal. Ce résultat serait à rapprocher de l'étude de l'effet du vide sur la température de soudage effectuée à Strasbourg par GOLDSZTAUB et al {18} .

Bryant et al ont montré par ailleurs qu'un mouvement vibratoire tangentiel sous charge modérée (fréquence 5 Hz) suffisait à rompre la couche d'oxyde superficielle, à accroître l'aire réelle de contact et par conséquent donnait lieu à une certaine adhésion, mesurable même à la pression et à la température ambiante.

WINSLOW et al ({3b} et {3c}) ont cherché à reproduire les conditions de collage des matériaux utilisés dans l'espace en opérant sous un vide meilleur que $5 \cdot 10^{-9}$ torr, à des températures comprises entre 25 et 500°C et en adoptant des niveaux de compression pouvant atteindre 70 kg/mm^2 mais correspondant le plus souvent à 80% de la limite élastique en compression ou du seuil de fluage du métal utilisé. Ils ont cherché à déterminer pour ce niveau de contrainte le seuil d'adhésion vis-à-vis du temps sous charge et de la température pendant l'essai. Sans chercher à obtenir des surfaces atomiquement propres, ils ont contrôlé le dégraissage, la dureté et la rugosité des surfaces initialement polies.

Entre autres métaux étudiés, les auteurs ont montré que le cuivre et l'aluminium courants ainsi préparés ne présentaient de l'auto-adhésion aux niveaux de compression mentionnés qu'après une activation thermique modérée. Ils en concluent que *l'adhésion est essentiellement un processus diffusif* où interviennent de manière prépondérante les paramètres *pression, temps et température*. La température critique se situerait vers la moitié de la température absolue de fusion comme l'avait suggéré Milner et Rowe {19} .

Les coupes micrographiques présentées, notamment pour le cuivre, la structure à gros grains, peu tourmentée superficiellement, et maclée, laissent supposer une recristallisation importante.

Les auteurs envisagent pour le cuivre et l'aluminium la possibilité de diffusion de l'oxyde superficiel dans le métal sous-jacent. La seule différence de comportement à l'atmosphère et au vide résiderait dans le temps de reconstitution de la couche contaminante.

Une modification du dispositif expérimental permettait de faire osciller sous charge modérée, à 3 Hz et avec une amplitude de $\pm 2^\circ$ la partie supérieure du couple testé. Tous les couples métalliques étudiés ont donné lieu à de plus fortes adhésions dans ces essais dynamiques, et les seuils d'adhésion en temps de contact et température ont été notablement abaissés.

Dans le cadre de la simulation spatiale de l'adhésion des matériaux RITTENHOUSE {20} mentionne, après une caractérisation des conditions spatiales suivant l'altitude, les résultats très contradictoires obtenus par Moeller et al {5} en relation avec les essais de frottement pour le programme Apollo : seules peuvent adhérer les surfaces débarrassées de leur oxyde, si bien qu'il y a très peu de corrélation entre le coefficient de frottement, l'adhésion et les propriétés des métaux utilisés. L'auteur met l'accent sur la *fragilité comparée de l'oxyde et du métal* et la *réactivité du contact métal-métal* caractérisée par l'énergie d'adhésion $W_{12} = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12}$ (γ énergie superficielle).

En s'appuyant sur 3 séries de résultats ({4a}, {3c}, {21}), Rittenhouse n'a pu établir de corrélation mathématique entre le coefficient d'adhésion et la charge normale : les résultats statistiques proposés, peu probants, mettent toutefois en évidence la tendance générale de baisse du coefficient d'adhésion avec la charge appliquée.

B - LES TRAVAUX PLUS GENERAUX DE KELLER ET SON EQUIPE.

Dans un premier article général sur l'adhésion entre surfaces atomiquement propres {7'a} KELLER montrait que *l'imbrication mécanique des irrégularités de surface* constitue un problème parallèle qui dépend plus des propriétés mécaniques que de l'interaction physico-chimique entre les 2 phases (d'où les corrélations plus ou moins marquées établies par Sikorski par exemple).

La probabilité de coïncidence parfaite atomique et planaire, même durant l'adhésion idéale de surfaces propres non déformées, est infiniment petite sans l'aide de la diffusion atomique. Les poudres de matériaux organiques à liaisons covalentes dirigées ont peu de possibilité de densification, tandis que la liaison métallique permet d'accommoder beaucoup plus facilement les écarts à la coïncidence:

par exemple la poudre de nickel très pur et dégazé se fritte d'elle-même en-dessous de 400°C. En revanche, et contrairement par exemple au mica (Bailey {22}), *il est impossible de préparer des surfaces métalliques atomiquement lisses* : il subsiste toujours des marches de 10 à 500 Å qui sont le siège des déformations plastiques privilégiées à la "mise en contact". En outre le clivage d'un métal implique toujours une certaine relaxation plastique de la surface clivée qui empêcherait de retrouver la coïncidence même si la fissure de clivage prenait naissance sans l'introduction de contraintes. Par ailleurs, la réduction d'adhésion du fait de la désorientation des surfaces en contact est à la base d'une *fragilisation structurelle* durant les cycles de compression-traction. La non coïncidence crée en effet une interface où la propagation des microfissures permet la diffusion des gaz résiduels.

La liaison métal oxyde à caractère plus ionique ou covalent que celle métal-métal est également plus fragile. L'*abaissement sous vide du seuil de déformation* nécessaire au soudage par laminage de plaques métalliques a été souvent mentionné (récemment Amonenko et al {23} sur des couples Cuivre-Nickel). Milner {24} , par exemple, rapporte que pour l'aluminium ce seuil passe de 40% de réduction en épaisseur à l'air à 2% sous un vide de 10^{-6} torr.

L'oxyde disloqué n'a généralement ni l'élasticité, ni la taille atomique du métal : il s'en suit un durcissement et une fragilisation à l'interface comparables à ceux produits par les ions d'argon non dégazés après bombardement ionique. L'énergie interfaciale en est modifiée au point que par exemple le gallium liquide mouille une plaque de nickel bombardée aux ions d'argon puis dégazée, mais ne le mouille plus si ce dégazage est omis.

Dans les essais de torsion-compression, tels que ceux de Sikorski, *l'élévation locale de température* pourrait dans certains cas entraîner une *diffusion* et une certaine *dissolution de l'oxyde* dans le réseau métallique. Ainsi, la surface réelle de contact entre métaux ayant subi la contamination de l'atmosphère dépend-elle non seulement des propriétés mécaniques massiques du métal -évoquées encore fréquemment pour rendre compte de la moindre adhésion des métaux hexagonaux (Ohno {25}) - mais aussi des propriétés mécaniques comparées, de la diffusibilité et de l'énergie superficielle de l'oxyde.

Keller a repris dans le cadre de la conférence tenue à Toronto en mai 1967 {réf. p.2} une analyse générale des résultats d'adhésion métallique qui recouvre plusieurs de ses articles {7}. Il distingue 4 méthodes d'approche.

1) Traitement de l'interface à partir du concept d'énergie d'adhésion.

Ce point de vue n'est guère exploitable quantitativement car les énergies superficielles des métaux à température voisine de l'ambiante sont difficilement évaluables. Selon la technique de mesure utilisée l'énergie interfaciale argent-vide par exemple donne lieu à des valeurs oscillant entre 900 et 5500 erg/cm². Une analyse qualitative est donnée notamment par ADAMSON {26}.

2) Traitement de l'interface par la théorie des solutions.

Ce point de vue s'appuie sur le fait que l'équilibre chimique à la surface d'une phase n'est pas le même que dans le volume de cette phase et conduit à prendre en considération une phase interfaciale d'épaisseur finie. CAHN et HILLIARD {27} ont montré que la diffusivité et l'épaisseur de l'interface relèvent d'un gradient de concentration sur cette région et dépendent des énergies d'interaction atomique et de la température réduite $\frac{T}{T_{\text{fusion}}}$. L'énergie d'interaction atomique n'étant que grossièrement évaluable, l'analyse n'est intéressante que pour l'influence de la température sur l'adhésion de métaux différents.

Dans une étude de l'épitaxie du cuivre sur le tungstène à l'aide de la diffraction des électrons lents, TAYLOR {28} a montré que, bien que les deux métaux soient massivement immiscibles, le cuivre forme des alliages jusqu'à une profondeur de 5 couches atomiques sur une surface propre de tungstène maintenue sous 10⁻⁹ torr et que le degré d'alliage était très sensible à la pression partielle d'oxygène. Une faible concentration de ce dernier tend à faire retirer le cuivre du tungstène. L'observation de l'alliage interfacial à la température ambiante suffit à expliquer l'adhésion cuivre-tungstène observée à cette température dans l'ultra vide. De même, les adhésions observées à température ambiante par JOHNSON et KELLER {29} pour le couple nickel-argent et par ALDRICH et KELLER {30} pour le couple aluminium-indium montrent qu'on ne peut se baser sur la miscibilité massique donnée par le diagramme de phases du fait de cette solubilité privilégiée dans les couches superficielles.

Keller note qu'un effet important de la température sur l'évolution de la surface réelle de contact consiste dans la diffusion superficielle. Un résumé général de la théorie parallèle du frittage par Gjostein {31} montre que la croissance du rayon X du col de contact de particules de rayon a s'exprime en fonction du temps t par la relation générale $\frac{X^n}{a^m} = \alpha D t$ où α est une constante de proportionnalité, D le coefficient de diffusion du métal

$$\left\{ \begin{array}{ll} n = 2 & m=1 \text{ pour la déformation visqueuse ou plastique} \\ n = 3 & m=1 \text{ pour l'évaporation et la condensation} \\ n = 5 & m=2 \text{ pour la diffusion en volume} \\ n = 7 & m=3 \text{ pour la diffusion en surface} \end{array} \right.$$

En l'absence d'une pression de contact le principal mode de transport semble être la diffusion superficielle et l'on conçoit dès lors l'importance des contaminants d'interface.

3) Traitement de l'interface à partir des forces de dispersion et électrostatiques.

A la suite des travaux publiés par DERYAGIN {32} et ceux de LIFSHITZ et al {33}, KRUPP et SPERLING {34} ont développé une théorie de l'adhésion des solides basée sur les forces d'attraction de Van der Waals. Un modèle d'interface peut être approché par l'image de petites sphères disposées sur un substrat solide. La déformation d'une sphère élémentaire et du substrat qui conditionne l'aire de contact πr_0^2 est due précisément à la pression des forces d'attraction. La force d'attraction F_0 pour une sphère élémentaire équilibre la résistance à la déformation du substrat, si bien que si H est la pression moyenne de contact (reliée à la dureté) $F_0 = \pi r_0^2 H$. L'adhésion, force totale d'attraction à travers l'interface est sensiblement proportionnelle à F_0 pour les métaux mous. Le modèle proposé tient compte des forces de Van der Waals décrites par Lifshitz et des effets électrostatiques. Pour une particule de rayon R_0 disposée sur un substrat à une distance z_0 les 2 types d'interaction conduisent à l'expression $F_0 = \frac{h \bar{w}}{\varepsilon \pi z_0^2} + \frac{\pi \varepsilon_0 U^2}{z_0} R_0$. La constante de Lifshitz-Van der Waals $h \bar{w}$ oscille entre 2 eV pour les corps ioniques et 9 eV pour les métaux. U représente la tension de contact entre la particule et le substrat.

Keller estime que ce modèle de forces de dispersion n'est peut être pas applicable au contact non contaminé métal-métal mais qu'il peut fournir des renseignements théoriques pour les régions séparant les zones de contact, où les 2 surfaces sont séparées de quelques centaines à quelques milliers d'angströms (cas des surfaces très finement polies et peu chargées par exemple).

Néanmoins, l'analyse basée sur le concept de force de dispersion est sujette à deux réserves : impossibilité de vérifier expérimentalement les modèles hautement théoriques et désaccord au niveau des expressions obtenues du fait des simplifications nécessairement introduites dans la solution mathématique très complexe.

4) Traitement de l'interface mettant l'accent sur la rupture.

Keller fait remarquer que la mesure du coefficient d'adhésion, généralement pratiquée jusqu'ici, teste surtout l'aptitude à la rupture du couple adhérent, fonction en particulier des impuretés interfaciales. Nous avons nous-mêmes insisté sur ce point à l'occasion d'une précédente publication {35}. Si γ_0 et E sont respectivement l'énergie superficielle et le module d'Young du matériau contenant une fissure, la taille de cette dernière, la contrainte nécessaire à sa propagation est de l'ordre de $\sqrt{\frac{\gamma_0 E}{L}}$ (Griffith). Un paramètre important est donc l'énergie superficielle de la zone où se propage la fissure : si une diffusion suffisante n'a pas rétabli l'équilibre entre l'interface et les phases sous-jacentes, la couche initialement adsorbée en surface, de plus faible énergie superficielle, contrôle la contrainte critique. Pour que le coefficient d'adhésion de 2 métaux différents soit minime il faut vraisemblablement que la tension superficielle de la phase interfaciale soit faible et la zone de diffusion étroite.

WESTWOOD et al {36} ont préféré au critère de Griffith l'énergie nécessaire à la propagation d'une fissure exprimée par la relation $\phi = \gamma_0 \eta \rho$ (γ_0 est l'énergie superficielle du plan de rupture, η le coefficient de fragilisation défini par le rapport des énergies de rupture respectives de l'interface contaminée et du métal pur, ρ le rapport du rayon en tête de fissure au rayon atomique correspondant à l'initiation de la plasticité). Ainsi, aux basses températures où la relaxation plastique en tête de fissure est négligeable $\phi = \gamma_0$ pour le métal pur.

Le dispositif expérimental de Keller et al permettait la mesure sous un vide de 10^{-10} torr de la compression et de la décohésion de fils métalliques croisés qui pouvaient être soigneusement décontaminés au préalable lors des cycles de bombardement aux ions d'argon et de dégazage. La contamination et la géométrie de la surface de contact pouvaient être suivies par des mesures électriques précises.

Pour les échantillons très contaminés ne donnant lieu à aucune adhésion, la variation expérimentale de la résistance électrique de contact en fonction de la force appliquée est quasi réversible. Par contre, après adhésion, la résistance électrique et par suite l'aire de contact restent pratiquement constantes jusqu'à rupture. Keller en conclut que la relaxation des contraintes élastiques ne joue un rôle effectif que pour les systèmes très contaminés.

Les mesures de *résistance électrique de contact* (Holm {37}) fournissent ainsi une indication assez sensible de la *contamination interfaciale* lorsque l'aire effective de contact peut être déterminée par la formule de Hertz {38} ; toutefois, la présence d'aspérités au contact contribue à la dispersion des résultats, en particulier pour les échantillons contaminés faiblement comprimés.

La technique s'est avérée particulièrement intéressante ({29} et {39}) pour tester la contamination résiduelle des couples titane-titane (structure hexagonale) et molybdène-molybdène (très durs) après les traitements sévères (bombardement aux ions d'argon, dégazage sous ultra-vide, dégazage sous atmosphère résiduelle d'hydrogène pour le titane en 10^{-6} torr d'oxygène très pur pour le molybdène) suggérés par les résultats de diffraction des électrons lents de Farnsworth et al {40} et Haas et Jackson {41} .

Keller en a conclu que l'adhésion de deux métaux identiques ultra propres est de l'ordre de la résistance mécanique massique du métal recuit, et de celle du métal le plus faible dans le cas de couples de métaux différents. Une fraction de couche adsorbée peut suffire à fragiliser le lien d'adhésion. *La barrière énergétique principale au soudage à froid est donc la contamination superficielle.*

En ce sens la structure hexagonale ne constitue pas une barrière intrinsèque : les difficultés d'adhésion de ces métaux seraient dues à la difficulté de dispersion des contaminants superficiels par cisaillements liée à l'inhomogénéité des propriétés de déformation. De même, le peu d'aptitude à l'adhésion des métaux très durs peut provenir soit d'une plus grande difficulté de décontamination, soit d'une plus grande sensibilité à de faibles contaminations, les deux facteurs étant liés puisque une forte énergie superficielle accompagne presque toujours un module élastique élevé.

C - LES ETUDES AYANT PRINCIPALEMENT MIS L'ACCENT SUR LA CONTAMINATION.

Dans un article de synthèse {42} ROBERTS énumère et discute les avantages et les limitations des différentes techniques d'obtention de surfaces propres : évaporation, pulvérisation, décomposition chimique, chauffage à haute température, clivage ou rupture, bombardement ionique suivi de recuit, désorption par effet de champ.

Lors du bombardement aux ions de gaz rare, des défauts notamment des amas d'interstitiels et des boucles de dislocations sont produites dans le solide (BOWDEN et BRANDON {43} , VENABLES {44}) et de nombreux ions de gaz inerte s'insèrent dans le réseau superficiel du métal bombardé. Dès lors, une phase subséquente de recuit est indispensable pour faire rétrodiffuser les ions gazeux étrangers et réduire la concentration des défauts. Si ces derniers ne sont pas éliminés; ils peuvent affecter fortement l'activité catalytique de la surface (l'activité du nickel catalyseur de l'hydrogénation de l'éthylène, par exemple, est dix fois plus importante si ce métal est seulement bombardé aux ions d'argon que s'il est bombardé dans les mêmes conditions, puis recuit). De même, les défauts introduits affectent la vitesse de formation de l'oxyde sur le métal et durcissent les couches superficielles.

1) Surfaces décontaminées par chauffage sous vide à haute température.

De nombreux auteurs (notamment Bowden et Rowe précités) ont eu recours à cette méthode, ou s'en sont contentés. Pour les mesures d'adhésion à plus basse température la recontamination semble difficile à éviter lors du refroidissement.

MUGLER et BRADFORD {45} ont utilisé un ruban de tungstène décontaminé sous ultra vide par des "flashings" répétés vers 2000°C. Après refroidissement à la température ambiante et sous ultra vide, deux petites enclumes montées sur une presse comprimaient le ruban sur lui-même sur une aire prédéterminée, pendant un temps et sous une contrainte déterminés. Les extrémités du ruban montées sur une machine de traction étaient enfin séparées jusqu'à rupture de l'adhésion.

Dans ces conditions les rubans "propres" de tungstène adhèrent aux fortes compressions de l'ordre de la limite élastique globale et les photomicrographies ne permettent plus de distinguer la ligne d'interface. Les rubans propres n'adhèrent pas aux plus faibles pressions de contact de l'ordre du tiers de la limite élastique. Sans "flashing" thermique les rubans contaminés n'adhèrent pas, quelle que soit la contrainte de compression.

Les auteurs en concluent que la contamination superficielle n'est pas le seul paramètre de l'adhésion. Pour les faibles compressions des métaux durs, l'énergie élastique emmagasinée pourrait être suffisante pour rompre les jonctions élémentaires peu relaxées plastiquement.

2) Surfaces propres obtenues par rupture sous ultra vide.

HAM ({4b} , {4c}), a conçu un dispositif expérimental où des *échantillons* spécialement entaillés pouvaient être rompus sous un vide voisin de 10^{-9} torr et comprimés à des températures comprises entre 25 et 500°C. Les charges de compression étaient déterminées de manière que le diamètre apparent de l'aire d'adhésion, suivi au cathétomètre, reste voisin de celui avant rupture. D'après l'auteur, il suffirait de laisser sous compression un échantillon de 15mm à 1 heure à une température supérieure à celle de *recristallisation du métal* pour lui rendre ses propriétés d'adhésion, même après une contamination sévère. Cette justification de la valeur comparative d'essais *répétés* semble néanmoins douteuse.

L'effet de la contamination des surfaces aux gaz résiduels de l'enceinte est envisagé pour de l'acier type 1018 et du cuivre OFHC.

A 500°C l'acier conserverait 80% d'auto-adhésion après des expositions aussi sévères que 2600 torr-minute. L'auteur évoque à ce sujet la réduction de l'oxyde superficiel par le carbone diffusé ou la mise en solution des impuretés aux fortes compressions. A 300°C, 10^{-6} torr-minute d'exposition suffisent à réduire la cohésion à 33%. Les résultats pour le cuivre confirment le fait qu'une exposition à basse température détériore plus vite les aptitudes à l'adhésion qu'une exposition à haute température aux gaz résiduels d'un haut vide. A haute température, le coefficient de collage des molécules gazeuses est réduit et surtout la mobilité superficielle des films gazeux (provenant notamment des surfaces latérales) est accrue.

Après avoir évoqué le modèle d'adhésion par nucléation et croissance de LING {46} et celui proposé par HOLDEN et al {47} d'une adhésion immédiate en un petit nombre de points suivie de la croissance de ces zones, Ham montre que le *gradient de contraintes* qui accompagne la rupture de la section entaillée et l'alignement plus ou moins sérieux des échantillons lors de la recompression rend l'exploitation des résultats *délicate*. L'influence de la température d'exposition par exemple n'est peut-être que le reflet de l'influence de la recristallisation sur la *plasticité* du métal écroui.

GILBREATH et al ({48} ,{49},{50}) ont eu recours à la même méthode de cycles répétés sous ultra vide (rupture d'une section initialement entaillée, exposition déterminée, compression, mesure de l'adhésion par rupture) pour déterminer la sensibilité de l'auto-adhésion de métaux purs (*aluminium, cuivre, magnésium, plomb, titane*) à l'exposition des surfaces dans différents gaz (air, argon, éthylène, hydrogène, azote, oxygène, oxyde de carbone, gaz carbonique).

Les auteurs ont montré au préalable qu'il ne semble pas y avoir de corrélation entre l'adhésion métallique et une quelconque propriété mécanique isolée. En général, le coefficient d'adhésion d'une surface métallique propre est sensiblement proportionnel à sa résistance en traction et à son élongation à rupture, et inversement proportionnel à sa dureté. La faible ductilité des métaux de structure hexagonale expliquerait leur adhésivité plus faible que celle des métaux de structure cubique. La répétition soudure-rupture produit une baisse intrinsèque du coefficient d'adhésion, indépendante de l'environnement, importante pour les métaux caractérisés par une faible adhésion initiale. Les auteurs estiment que cette baisse peut être attribuée, soit à un changement de la topographie superficielle, soit à un changement des propriétés mécaniques par écrouissage, soit à un "réajustement" moins bon du réseau. En particulier, certaines distributions d'aspérités superficielles seraient plus favorables à l'adhésion que des surfaces relativement lisses.

Pour la plupart des métaux étudiés le coefficient d'adhésion est indépendant de la charge (contrairement aux conclusions de Rittenhouse précité). Toutefois, un cisaillement superficiel, une mise en charge impulsive ou un mouvement oscillatoire axial accroissent notablement l'adhésion.

Le temps sous compression serait un paramètre important, le coefficient d'adhésion variant sensiblement comme la puissance n^e de ce facteur. L'exposant n varierait de 0,2 pour le magnésium à 10^{-2} pour le zirconium.

L'influence de la température ferait intervenir à des degrés divers le fluage, la dispersion des films superficiels, le recuit et la diffusion superficielle. Le coefficient d'adhésion du magnésium par exemple, évolue parallèlement à la ductilité du métal de 0,25 à température ambiante à 0,8 à 250° tandis que l'évolution des 2 propriétés est faible après 300°C. L'aptitude à l'adhésion du cuivre varie peu avec la température. Le titane, dont la ductilité augmente rapidement jusqu'à 800°C, se soude bien dès le tiers de la température absolue de fusion.

L'influence délétère d'une exposition plus ou moins prolongée des surfaces rompues aux très faibles pressions partielles ($\sim 10^{-10}$ torr) de gaz déterminés a fait l'objet de cycles successifs sur les mêmes échantillons de divers métaux. Pour l'aluminium pur (99,99%) les auteurs ont montré que les gaz chimisorbés étaient très nocifs à l'adhésion. Ainsi 10^{-4} torr-seconde d'oxygène suffisent à réduire à presque rien le coefficient d'adhésion initial de 0,85, de même que 10^{-2} torr-seconde d'éthylène. Au contraire, l'effet est très peu marqué pour les gaz physisorbés, tels que H_2 , N_2 , A d'autant que les perturbations du coefficient d'adhésion peuvent provenir du grand nombre de cycles imposés. Cette distinction entre la contamination par chimisorption et celle par physisorption semble tout à fait générale. Pour le cuivre, par exemple, elle semble encore évidente quoique moins prononcée. Les auteurs en concluent que les forces d'attraction physique entre monocouches gazeuses et surfaces métalliques ne sont pas suffisantes pour arrêter le partage d'électrons entre atomes métalliques.

CONRAD et RICE {51} ont étudié l'adhésion sous ultra vide (10^{-10} - 10^{-11} torr) à la température ambiante, d'échantillons de cuivre entaillés, rompus sous vide, comprimés et testés jusqu'à décohésion (un seul essai par échantillon).

Ils ont trouvé que le rapport $R_a = \frac{\text{Force d'adhésion}}{\text{Force de rupture initiale}}$

croît avec le rapport $R_c = \frac{\text{Force de compression}}{\text{Force de rupture initiale}}$ indépendamment de la structure, de la pureté, du temps de contact sous charge maximum (5 à 900s). De même, le coefficient d'adhésion α croîtrait linéairement avec R_c selon la loi :
 $\alpha = 0,75 + 0,15 R_c$. Par ailleurs R_a serait sensiblement proportionnel à l'aire réelle de contact déterminée par l'amplitude relative des ondes ultrasonores transmises à l'interface.

Les auteurs pensent que le coefficient d'adhésion doit être sensiblement inversement proportionnel au module d'Young du métal comme le prévoit Sikorski

Pour une pression variant entre $2 \cdot 10^{-11}$ et $2 \cdot 10^{-9}$ torr et une exposition variant entre 37s et $6 \cdot 10^5$ s, soit au maximum 10^{-4} torr-seconde, l'atmosphère résiduelle, composée essentiellement d'azote, ne semble pas avoir affecté la valeur du coefficient d'adhésion.

Les micrographies présentées par les auteurs montrent que, pour du cuivre brut, la porosité centrale d'interface nettement visible après une compression correspondant à $R_c = 0,5$ disparaît (au grossissement 1000) pour une compression équivalente à la force de rupture. Les mêmes observations ont été faites sur du cuivre OFHC à grains fins (6μ). Par contre, pour le cuivre OFHC à gros grains (1000μ) et le cuivre de haute pureté (99,999%) à gros grains (450μ) une légère porosité a pu être observée même pour une force de compression équivalente à celle de rupture. Les clichés présentés montrent une excellente cohérence des joints de grain et des joints de macles de part et d'autre de l'interface (qui semble intergranulaire) pour du cuivre brut comprimé sous la force de rupture. Les auteurs précisent que cette cohérence de la microstructure au niveau des surfaces rompues n'est pas toujours aussi bonne pour le cuivre OFHC et n'est donc pas une condition nécessaire à l'adhésion.

3) Surfaces décontaminées par effet de champ.

MULLER et NISHIKAWA [52] ont observé au microscope ionique à effet de champ l'effet de l'adhésion sur la structure atomique superficielle des métaux de transition ordinaires. Ils ont pu ainsi étudier le détail atomique du contact élémentaire d'une pointe de microscope ionique à effet de champ, soit in situ avec une autre pointe, soit après le contact à l'extérieur du microscope avec une surface métallique plane. Du fait de la taille de la pointe (200 à 1500 Å de rayon) le contrôle du mouvement relatif infime ainsi que des charges de l'ordre du micro - ou milligramme est très délicat. Néanmoins, on peut ainsi analyser une déformation des surfaces allant du réarrangement de quelques atomes jusqu'aux très fortes déformations plastiques, à des températures aussi basses que 21°K.

Des essais de contact sous 400 kg/mm^2 d'une pointe de tungstène à 21° K avec une plaque d'aluminium à 300°K ont montré des transferts d'atomes du métal mou sans dommage pour la pointe de tungstène. Les atomes transférés semblaient distribués au hasard sur l'hémisphère entier de la surface de tungstène et pouvaient être enlevés par évaporation sous champ.

Les auteurs ont également étudié sous différentes conditions de charge et de température, le contact in situ de 2 pointes de tungstène, le contact pointe de tungstène-plaque de tungstène, le contact à 300°K pointe d'irridium-plaque d'or et le contact irridium-tungstène. Par évaporation sous champ la méthode permet également de connaître le nombre de couches atomiques affectées par la déformation. Par exemple, le contact relativement sévère irridium-tungstène sous 100 kg/mm^2 à 300°K n'affecte plastiquement qu'une épaisseur de 100 Å.

4) Surfaces décontaminées par bombardement ionique.

BATZER et BUNSHAH {53} ont étudié l'adhésion dans un vide poussé ($5 \cdot 10^{-11}$ torr) d'échantillons de cuivre, de titane et de beryllium comprimés entre 0,1 et 0,4 fois la température absolue de fusion à un niveau un peu inférieur à la limite élastique globale, après bombardement aux ions d'argon et dégazage des surfaces d'adhésion.

Ils ont montré qu'on pouvait obtenir une adhésion de 100% à condition de faire précéder et suivre la phase de bombardement ionique par des dégazages sérieux. Il y a également intérêt à piéger les gaz actifs (H_2 , N_2 , O_2) contenus dans l'atmosphère d'argon et d'opérer le bombardement dans des conditions statiques plutôt qu'en écoulement continu.

Pour le cuivre OFHC par exemple, une compression de 7 kg/mm^2 à 380°C a donné lieu à 100% d'adhésion dans les conditions mentionnées. Certaines micrographies montrent que la décohésion ne s'effectue pas nécessairement exactement sur l'interface initial et qu'il n'y a plus de microcavités interfaciales visibles au microscope optique.

BRADFORD {54} a travaillé sur l'adhésion du nickel en décontaminant l'interface suivant la même méthode :

- 1) dégazage 1 heure durant, des échantillons sous ultra vide vers 550°C
- 2) 5 cycles de bombardement aux ions d'argon sous 2000V de tension anodique et $4 \cdot 10^{-3} \text{ C/cm}^2$ suivi de chauffage 15mm par bombardement électronique vers 650°

L'auteur a montré qu'un dixième de monocouche adsorbée suffit à affecter le coefficient d'adhésion, qui tombe à une valeur négligeable après une exposition de 10^{-4} torr.seconde.

Pour tester l'influence de la dureté les échantillons ont été soumis à des cycles successifs décontamination-compression à la limite élastique-traction à rupture. Un échantillon identique à l'extérieur de l'enceinte, soumis aux mêmes déformations était sensé permettre la mesure de la dureté. L'adhésion a été trouvée inversement proportionnelle à cette dureté et l'explication proposée fait intervenir l'évolution de l'aire de contact.

L'influence de la force de contact a donné lieu à une forte dispersion des résultats pour une charge inférieure à la limite élastique. Par contre, une forte charge stabilise et durcit l'aire d'adhésion et des coefficients d'adhésion de l'ordre de 6 ont pu être ainsi enregistrés.

Le coefficient d'adhésion du *nickel* s'est avéré indépendant de la charge pour des rapports de déformation $\frac{\text{contrainte moyenne de contact}}{\text{limite élastique en compression}}$ inférieurs à 1. Au-delà, il y aurait croissance concomittante des 2 paramètres. Nous pensons toutefois que la géométrie particulière des échantillons donnait lieu à de trop importants gradients de contrainte pour que les résultats obtenus soient généralisables.

Pour tester l'influence de la *température* de contact, les échantillons ont été maintenus une heure sous compression à la température désirée, puis refroidis à la température ambiante pour la mesure de la force de rupture. Le coefficient d'adhésion est, dans ces conditions, resté voisin de 0,2 pour des températures de compression allant jusqu'à 200°C. Au-delà, la croissance régulière du coefficient d'adhésion α a suggéré une expression de la forme $\alpha = 0,22 + 23 \exp \left[-\frac{Q}{RT} \right]$. L'énergie d'activation voisine de 15 kcal/mole est de l'ordre de celle admise pour la *diffusion superficielle*; cette dernière contrôlerait donc l'accroissement de l'aire de contact.

Dans un article plus récent [55], BRADFORD a remis l'accent sur l'influence de la contamination des surfaces d'adhésion et décrit une méthode pour caractériser leur propreté. La diffraction des électrons lents n'étant applicable qu'aux monocristaux pour contrôler l'effet de cycles bombardement ionique-dégazage (Farnsworth et al [40] ou Jona [56] entre autres), de nombreuses études se sont portées sur le changement de *potentiel d'extraction* avec le degré de *contamination superficielle*.

La variation $\Delta\phi$ du potentiel d'extraction de la surface peut être reliée au taux de recouvrement θ , au nombre total de sites d'adsorption σ_m et au moment dipolaire par site adsorbé μ par la relation $\Delta\phi = 4\pi\sigma_m\theta\mu$. Toutefois, cette relation n'est susceptible de donner des résultats semi-quantitatifs que pour de faibles taux de recouvrement et des surfaces peu déformées.

Expérimentalement, la variation du potentiel d'extraction a été mesurée par la méthode de la diode à champ retardé. Le dispositif comprenait simultanément un canon à cathode froide type magnétron, un canon ionique à cathode chaude et un canon électronique permettant la mesure elle-même du potentiel d'extraction et le dégazage.

L'auteur a déterminé le nombre minimum de cycles bombardement ionique-dégazage au bout duquel se stabilise le potentiel d'extraction et montré que la force de rupture d'adhésion augmente avec le nombre de cycles pour atteindre sa valeur maximum au bout du même nombre de cycles que celui correspondant à la stabilisation du potentiel d'extraction. La caractérisation du degré de propreté par la variation du potentiel d'extraction donnerait donc le nombre de cycles minimum nécessaire pour obtenir une surface propre.

L'auteur montre par ailleurs que les 2 stades du cycle sont nécessaires pour obtenir de l'adhésion : un long dégazage sans bombardement ou un bombardement seul ne donnent aucun collage même après une plus forte compression.

Enfin, l'exposition à une pression partielle d'oxygène, même très faible, semble particulièrement nocive : le coefficient d'adhésion, affecté dès 2.10^{-7} torr.s, tomberait à zéro pour une exposition de 10^{-4} torr.s.

HORDON et ROEHRIG {57} ont mis au point un *dispositif expérimental très complet*. Celui-ci comprend essentiellement une enceinte d'une vingtaine de litres susceptible d'être évacuée à 8.10^{-10} torr après dégazage, une presse avec dispositif d'alignement permettant d'appliquer des pressions de 10 kg/mm^2 sur des échantillons d'environ 1 cm^2 d'aire utile, un dispositif de support et de sélection permettant de travailler sur 8 échantillons polis métallographiquement sans remise à l'air de l'enceinte, une résistance de chauffage tapissant la paroi de l'enceinte et permettant le dégazage sous haut vide, un système d'abrasion mécanique des surfaces d'adhésion par *brosse* métallique, 2 canons ioniques indépendants, un dispositif d'admission contrôlée d'argon ou de xénon de haute pureté, enfin une diode à champ retardé pour déterminer les variations du potentiel d'extraction des surfaces d'adhésion.

Nous pensons que les *adhésions négligeables* observées par les auteurs sur des échantillons de cuivre ou d'argent plus ou moins polis, sévèrement bombardés aux ions de xénon puis fortement comprimés (21 kg/mm^2) sont essentiellement imputables à l'absence de dégazage après bombardement ionique. Aussi, les auteurs ont-ils fait appel à l'abrasion mécanique pour obtenir des adhésions significatives.

5) Surfaces décontaminées par abrasion mécanique sous vide.

HORDON et ROEHRIG précités {58} ont montré que l'abrasion sous ultra-vide des surfaces d'adhésion à l'aide d'une *brosse en acier inoxydable* est particulièrement efficace (au bout de quelques minutes de ce traitement). Malheureusement, l'abrasion produit des rayures fines dont la hauteur peut atteindre 20 microns et la couche superficielle déformée s'étend de 2 à 5 microns en profondeur.

Les auteurs ont observé sur la plupart des métaux étudiés une adhésion négligeable dans le domaine élastique puis une croissance atténuée du coefficient d'adhésion avec le taux de déformation plastique des échantillons. L'aptitude à l'adhésion semble proportionnelle à la ductilité, inversement proportionnelle au module élastique et décroît dans l'ordre des structures cubiques à faces centrées, cubiques centrées et hexagonales.

En testant des couples de métaux différents il n'a pu être mis en évidence l'influence de la solubilité mutuelle qui est sûrement moins importante que la ductilité ou la structure cristalline (le plus fort coefficient d'adhésion a été obtenu pour le couple or-plomb insoluble massivement). La plasticité superficielle entraîne un certain désordre atomique local, une plus grande mobilité atomique et une distribution plus anisotrope des liaisons qui peuvent permettre aux atomes de soluté de taille très différente, normalement rejetés de la phase volumique, d'être acceptés dans les couches extérieures du réseau solvant.

L'accroissement de l'adhésion avec la température peut être largement attribué à l'adoucissement thermique de la limite élastique et à l'accroissement correspondant de ductilité. Au-dessus de 100°C, l'adhésion plus rapide de couples de métaux mutuellement solubles pourrait être rattachée à une certaine contribution diffusionnelle.

HORDON et ROEHRIG { 59 } ont remanié leur dispositif expérimental afin d'évaluer l'adhésion du cuivre, du titane et du tungstène recuits à partir de la mesure des forces de cisaillement nécessaires à la rupture. Avant compression, les surfaces en forme de coupelle et cône, polies métallographiquement étaient, soit soumises à un sévère bombardement ionique, soit abrasées par un frottement mutuel en rotation.

Des métaux, tels le cuivre et le tungstène, avec de faibles énergies de liaison de l'oxyde montrent une plus grande tendance à l'adhésion que le titane avec un film superficiel tenace et difficile à enlever.

Les essais d'adhésion-frottement à des températures variant entre l'ambiante et 500°C ont montré que l'adoucissement thermique et la diffusion augmentaient les forces d'adhésion du cuivre et du titane, mais ne modifiaient pas celles du tungstène. Nous pensons qu'intervient surtout le dégazage et le recuit après le bom-

bardement ionique. La contribution diffusionnelle est négligeable pour le tungstène, appréciable pour le titane vers 500°C, importante pour le cuivre au-dessus de 275°C. L'adhésion du titane, négligeable à basse température (oxyde et structure hexagonale) croît rapidement, parallèlement à la ductilité et prend des valeurs supérieures à celles du tungstène à partir de 275°C.

Une amélioration récente du montage expérimental a permis à HORDON et WHRIGHT {60} de suivre la baisse de la résistance électrique de contact à l'interface en fonction du niveau d'adhésion.

BROWN et BURTON {61} ont étudié le frottement et l'adhésion du cuivre sous ultra-vide en utilisant aussi la technique de décontamination par abrasion. Leur dispositif comprend essentiellement une pointe hémisphérique (3,2mm de rayon) pouvant glisser et se comprimer sur un échantillon plat. Les 2 parties peuvent être chauffées à 1000°F, tandis que l'échantillon plat peut être refroidi à l'azote liquide. Les échantillons en cuivre électrolytique polis et rincés pouvaient être au préalable réduits à 1000°F dans l'hydrogène.

Les auteurs ont trouvé qu'entre -270°F et 300°F le coefficient d'adhésion après frottement, croît rapidement avec la température, puis plus lentement jusqu'à 1000°F où sa valeur est supérieure à 1. Les valeurs trouvées sont nettement supérieures à celles de Ham.

Il n'y aurait pas de différence dans la variation avec la température du coefficient d'adhésion si les échantillons sont au préalable exposés à l'atmosphère réductrice d'hydrogène. Le coefficient d'adhésion décroît avec l'exposition des surfaces de contact aux gaz résiduels, d'autant plus rapidement que le vide est moins bon. A 10^{-10} torr 20mm d'exposition n'ont aucune incidence, tandis que 10mm d'exposition sous 10^{-7} torr rendent l'adhésion inmesurable.

Le coefficient d'adhésion croît avec le temps de contact et se stabilise au bout de 4-5 minutes. La croissance est plus rapide aux mauvais vides et plus rapide que celle proposée par Bowden et Rowe.

Toutes les modifications par activation thermique au niveau de la zone de contact se produisent à des températures inférieures à celle de recuit du cuivre. Ainsi la cassure dans la courbe coefficient d'adhésion-température s'effectue au voisinage de la température ambiante (et non de 0,2 à 0,4 fois la température absolue de fusion comme prédit par Bowden). La variation du coefficient d'adhésion avec la tem-

pérature est assez bien représentée par une relation du type $\alpha = \alpha_0 + k \exp \left(- \frac{Q}{R T} \right)$, ce qui suppose une adhésion à température nulle ou encore une adhésion immédiate, indépendante de la croissance des jonctions.

BUCKLEY {62} a étudié l'influence de films adsorbés de différents gaz sur l'adhésion et le frottement du tungstène. Les expériences ont été conduites dans un vide de 10^{-10} torr à l'aide d'une pointe hémisphérique d'orientation (100) pouvant frotter sous charge sur une surface plane dont l'orientation était, soit (100) soit (110), soit (210). Les gaz étudiés pour tester l'influence de la contamination superficielle ont été pris dans les gaz suivants : hydrogène, oxygène, gaz carbonique, hydrogène sulfuré, série homologue des hydrocarbures du méthane au décane, éthylène, acétylène.

Les résultats expérimentaux montrent que tous les gaz, y compris l'hydrogène, réduisent l'adhésion et le frottement du tungstène. Il suffit de moins d'une monocouche d'oxygène chimisorbé sur les surfaces d'adhésion pour réduire de manière appréciable le frottement et l'adhésion parallèle de cristaux de tungstène. Pour les hydrocarbures, l'augmentation de la longueur de la chaîne conduit à une décroissance progressive du frottement. De même le frottement décroît dans l'ordre éthane, éthylène, acétylène.

D - AUTRES FACTEURS SUSCEPTIBLES D'INFLUENCER L'ADHESION SOUS VIDE.

1) L'orientation et la structure cristallines.

Les travaux de BUCKLEY et al sur polycristaux ({63} {64} {65}) ont montré que l'orientation individuelle de gros grains pouvait influencer notablement le comportement au frottement des métaux sous vide. Cette anisotropie a été observée sur des métaux de structure hexagonale (beryllium et titane), cubique centrée (tungstène) et cubique à faces centrées (cuivre monocristallin sous atmosphère d'hydrogène : Gwathmey et al {66}, Takegi et Tsuja {67}). Dans tous les cas les coefficients de frottement les plus bas sont normalement observés sur les plans de glissement cristallographique préférentiels (de plus grande densité atomique), lorsque le frottement s'effectue dans la direction de glissement cristallographique préférentielle (rangée atomique la plus dense). On ne peut cependant comparer directement le comportement des mono et polycristaux car les joints de grain bloquent les dislocations de glissement, ont une énergie superficielle propre et constituent les canaux de diffusion facile.

BUCKLEY {68} a étudié l'influence sur le frottement et l'adhésion dans l'ultra-vide (10^{-11} torr) de l'orientation et de la structure cristallographiques, ainsi que de la solubilité mutuelle, en mesurant l'adhésion initiale sous contact chargé, le frottement en glissement ou l'adhésion après frottement, de cuivre mono et polycristallin et de monocristaux de nickel, cobalt, tungstène.

Après bombardement électronique (3 heures à 400°C), un monocristal de cuivre hémisphérique (4,8mm de rayon) était comprimé pendant 10 secondes sous une charge de 50 grammes sur un monocristal ou un polycristal plan en cuivre. Après mesure du coefficient d'adhésion initial α_i , la partie hémisphérique était glissée sur la partie plane en rotation et le coefficient de frottement f déterminé. La charge de 50g correspondait à un échauffement au frottement inférieur au seuil de recristallisation {69}. Enfin, le coefficient d'adhésion après frottement α_f était déterminé dans les conditions de mesure de α_i . Dans tous les essais, plans et directions cristallographiques sont en coïncidence de part et d'autre de l'interface. Les résultats donnés sont les suivants :

Cuivre	Module d'Young kg/mm^2	Energie superficielle erg/cm^2	α_i	f	α_f
monocristal (100)	6670	2892	1,02	>40	130
monocristal (110)	13100		0,61	>40	50,0
monocristal (111)	19400	2499	0,30	21	10,5
polycristal	12000	1100-1350	1,00	>40	100

Le plan le plus dense (111) présente les plus faibles coefficients d'adhésion et de frottement. Une diminution de l'énergie superficielle et un accroissement du module élastique correspondent, comme prévu, à une baisse du coefficient d'adhésion. Pour une même charge, la déformation est moindre pour le plan (111), donc l'aire de contact et la part de la déformation élastique plus grandes.

La cohérence des réseaux au niveau du joint ne peut être qu'accidentelle de sorte qu'il doit exister une zone de transition semblable à un joint de grain. Plus faible est la cohérence, plus fortes sont les contraintes élastiques dans les cristaux adjacents et l'énergie interfaciale développée.

Le fluage et la relaxation concomitante des contraintes élastiques affectent favorablement l'aire de contact. L'auteur a trouvé ainsi que, quelle que soit l'orientation, le coefficient d'adhésion triple sensiblement au bout de 600s sous charge.

Le coefficient d'adhésion trouvé pour le cuivre polycristallin est voisin de celui correspondant au plan (100). Pourtant le polycristal a un module d'Young presque double et une plus grande résistance à la déformation plastique. L'aire d'adhésion est donc plus faible, et la résistance à la traction des jonctions élémentaires plus forte sans doute du fait de la consolidation intergranulaire.

Tous les coefficients d'adhésion ont été considérablement accrus après frottement et on peut invoquer d'autres facteurs tels que la décontamination, l'accroissement de l'aire de contact, le durcissement.

L'observation des lignes de glissement cristallographique au voisinage de l'aire de contact a mis en évidence un plus grand degré de déformation pour l'orientation (100), au point que les lignes ondulées font penser aux glissements déviés.

Les mesures ont été reprises en adoptant successivement des monocristaux hémisphériques d'orientation (100), (110) ou (111) en contact avec un monocristal plan (100), les directions restant en coïncidence. Comme prévu, la cohérence d'interface donne lieu aux plus fortes adhésions :

plans en regard	α_i	α_f
(100)/(100)	1,02	130
(110)/(100)	0,25	32,5
(111)/(100)	0,20	40,0

Pour tester l'influence de la structure cristalline, Buckley a fait glisser sous la charge de 50g le plan basal (0001) d'un monocristal de cobalt dans la direction dense $[11\bar{2}0]$ sur un autre monocristal identique pareillement orienté. Aucune adhésion n'a pu être mesurée avant et après frottement. Pourtant le cobalt

est proche du cuivre dans la classification périodique et la différence de module élastique est difficile à invoquer puisque le molybdène et le tantale de plus fort module élastique adhèrent rapidement. *La structure hexagonale serait donc peu encline à l'adhésion.* Des macles de déformation ont été observées sur le plan basal du cobalt.

L'influence de la *solubilité mutuelle* des couples d'adhésion a été étudiée par le contact et le glissement dans la direction dense du plan (111) du *cuivre* avec le plan (111) du *nickel* (soluble massivement), du *cobalt* (hexagonal et partiellement soluble) ou du *tungstène* (cubique centré et massivement insoluble dans le cuivre). L'auteur attribue les *faibles valeurs de l'adhésion* cuivre-cobalt et cuivre-tungstène au facteur solubilité, mais nous pensons que les *faibles taux de déformation superficielle* peuvent être aussi bien invoqués. En fait, le cuivre adhère au nickel et au tungstène pendant le frottement (photomicrographies) et une partie de l'adhésion après frottement est imputable au seul contact cuivre-cuivre. Au bout d'un certain nombre de cycles après frottement d'adhésion et rupture le coefficient d'adhésion décroît et se stabilise dans le cas du couple cuivre-nickel, alors qu'il décroît constamment pour le couple cuivre-tungstène.

Une étude plus récente du même auteur {70} à l'aide de la diffraction des électrons lents a montré que le transfert métallique s'effectuait de manière épitaxique pour certains couples cubiques à faces centrées. Par ailleurs, une faible concentration d'aluminium dans le cuivre augmenterait notablement la force d'adhésion. Ce résultat pourrait être rapproché d'un travail antérieur {71} où l'auteur montrait qu'une baisse de l'énergie de faute d'empilement accompagnait un accroissement du coefficient de frottement, donc des adhésions élémentaires.

2) La déformation plastique superficielle.

Dans une série d'articles ({72} à {76}) correspondant à l'étude de l'effet du *décapage électrolytique* sur les caractéristiques de déformation de mono et polycristaux d'aluminium, KRAMER et al ont développé l'idée d'une *couche superficielle plus riche en dislocations* que le métal sous-jacent et présentant donc un taux de consolidation supérieur. Un film d'oxyde faciliterait mais ne serait pas nécessaire à la création de cette couche lors de la déformation. La profondeur de la couche serait de l'ordre de 0,6mm pour un monocristal d'aluminium. Son importance apparaît si l'on suppose que la pente et l'étendue du premier stade de déformation

d'un monocristal dépendent essentiellement de la facilité de sortie du cristal des dislocations. Comme dans ce premier stade, le décapage de surfaces où émergent des dislocations coins a plus d'influence sur la déformation plastique que celui de surfaces où émergent des dislocations vis (Nakada et Chalmers {77}), On peut s'attendre à ce que l'angle de la direction de glissement cristallographique avec les surfaces de l'échantillon ait une certaine importance.

A l'opposé, FOURIE {78},{79} a montré expérimentalement au microscope électronique sur lames minces que lors de la traction de monocristaux la région superficielle se durcit plus lentement que le coeur du cristal. Cette zone superficielle s'étendrait sur environ 2mm et les gradients de limite élastique qui s'y développent existeraient à tous les stades de déformation.

Cette notion de couche superficielle moins "dure" a été reprise par BRYDGES {80} pour expliquer les irrégularités de déformation à la décharge et par KELTUNEN et KOCKS {81} pour expliquer le processus de fatigue.

Récemment, KRAMER et KUMAR {82} ont critiqué les conclusions de Fourie et expliqué la formation de la couche superficielle plus dure à partir de l'existence des marches de glissement. La contrainte appliquée aux dislocations près de la surface serait la résultante de la force d'attraction de la dislocation image et des contraintes réactives produites par les marches de glissement : les dislocations seraient ainsi freinées à proximité des marches. Par ailleurs, sous charge, les marches de glissement produisent une concentration de contraintes très localisée qui va encore freiner les dislocations en glissement près de la surface. La distorsion asymétrique du réseau au voisinage d'une marche produit une interaction plus forte des dislocations que les distorsions symétriques, d'où le durcissement superficiel. Une marche de glissement sous charge peut également entraîner un glissement multiple sur les plans de glissement secondaire. Les barrières accrues au mouvement des dislocations vis sur leur plan de glissement augmentent la probabilité de glissement dévié donc la formation de dipôles qui constituent eux-mêmes de forts obstacles.

Le décapage superficiel durant la déformation donne lieu à des bandes de glissement moins nombreuses et plus espacées et accroît la vitesse des dislocations : une plus grande déformation s'effectue sur un nombre moindre de bandes de glissement. Si l'échantillon n'est pas poli, la saturation en dislocations est atteinte plus rapidement en surface et les bandes de glissement plus rapprochées traduisent une plus forte consolidation. La présence de marches de glissement pourrait réduire de moitié la force d'attraction superficielle des dislocations.

3) La déformation plastique superficielle sous haut vide.

MERYN {83} a suggéré que les bandes de glissement des surfaces d'adhésion se comportaient lors de la déformation qui leur donne naissance comme des surfaces non contaminées. Nous avons nous mêmes {84}, parallèlement, formulé la même hypothèse et insisté sur l'importance des lignes de glissement pour rompre et dissocier les films superficiels ainsi que pour contrôler les rapprochements et les coïncidences locales des 2 réseaux.

KRAMER et al {85} ont mesuré la baisse d'énergie d'activation Δu de la déformation plastique de monocristaux d'aluminium, à contrainte et température constante, lorsque le niveau de vide de l'essai est porté brusquement de 10^{-4} à 10^{-7} torr. L'effet du vide sur l'énergie d'activation se ferait surtout sentir aux faibles déformations. Après une plus forte déformation, un polissage électrolytique sérieux ramènerait Δu à sa valeur initiale.

Les auteurs expliquent l'influence de l'environnement gazeux en termes de vitesse de sortie des dislocations. La déformation plastique créerait une zone superficielle plus riche en dislocations dont l'incidence sur le durcissement serait importante au premier stade de la déformation. La pression partielle des gaz contaminants influerait initialement sur la vitesse de formation de la couche superficielle la plus dure, notamment par la contamination des marches de glissement, tandis qu'aux plus fortes déformations le blocage des dislocations par cette zone durcie limiterait l'influence de l'oxyde superficiel.

WILLIAMS et NELSON {86} ont étudié le comportement en traction de monocristaux de magnésium entre 760 et $8 \cdot 10^{-9}$ torr. Ils ont montré que le haut vide a tendance à baisser la contrainte nécessaire pour obtenir une déformation donnée et que l'effet, sensible à partir de 10^{-6} torr, croît sensiblement avec le niveau de vide. Il y aurait alors compétition entre la vitesse de formation des marches de glissement par arrivée de dislocations en surface, et la contamination durcissante des surfaces "fraîches" ainsi créées. Ainsi une amélioration du niveau du haut vide aurait le même effet qu'un accroissement de la vitesse de déformation, tandis que pour un vide donné l'effet de l'environnement dépendrait de la vitesse de déformation.

HUDSON {87} a étudié l'amélioration du seuil de fatigue des métaux dans le vide. Il a montré que les résultats étaient parfois contradictoires et les explications proposées incomplètes. Ainsi, pour l'aluminium pur polycristallin certains auteurs ont trouvé un accroissement continu du seuil de fatigue avec le niveau de vide, tandis que d'autres n'ont trouvé d'effet important qu'entre 10^{-2} et 10^{-4} torr.

Les fissures de fatigue se développent au niveau des déformations plastiques localisées dans certains grains superficiels par la contamination des surfaces "fraîches" exposées à l'environnement lors des charges alternées.

L'auteur mentionne la formation accélérée de lignes de glissement et une rugosité superficielle accrue lors des essais de fatigue sous vide.

FEUERSTEIN et RICE {88} ont enregistré l'accroissement de ductilité (déformation à rupture) sous haut-vide d'échantillons de molybdène. L'ultra-vide donnerait lieu à des glissements superficiels plus importants et sur un nombre moins important de plans de glissement. En ralentissant la formation d'une monocouche, il limiterait la fragilisation des joints résultant de l'adsorption et de la diffusion des gaz contaminants en augmentant notamment l'énergie superficielle, donc la contrainte nécessaire à la propagation des fissures. L'amélioration de la ductilité dans l'ultra-vide pourrait donc refléter la désorption sous contrainte des joints de grain et par suite varier avec la longueur de joints exposée.

FEUERSTEIN et JOHN {89} ont analysé les gaz désorbés lors d'un essai de traction sous 10^{-10} torr d'échantillons purs polycristallins d'aluminium, magnésium et molybdène. Ils ont observé un pic de dégazage important d'hydrogène et de méthane à la limite élastique supérieure, suivi d'un dégazage continu moins important. La désorption observée sur monocristal serait bien moindre. La majeure partie des gaz désorbés proviendrait des couches superficielles faiblement adsorbées, une plus faible quantité des gaz enfouis sous l'oxyde. La légère désorption continue correspondrait éventuellement aux gaz plus fortement liés diffusant aux joints de grain.

CHAPITRE 11

MONTAGE EXPERIMENTAL ET PRESENTATION GENERALE DES ESSAIS

ooo

A - MONTAGE ET PROCESSUS EXPERIMENTAUX.

1) Enceinte à vide et obtention de très basses pressions (cf planche I).

Nous avons réalisé une enceinte en acier inoxydable de dix litres environ, évacuée :

- d'une part, pendant l'étuvage préliminaire, par un groupe de pompage Edwards UHV M2 à diffusion de mercure, dont la vitesse de pompage est de 70 litres par seconde au niveau du piège à azote liquide; ce groupe est associé à un booster à diffusion de mercure qui refoule sur des pompes primaires à sorption (zéolithe Linde 13X),
- d'autre part, en fonctionnement régulier, par une pompe getter-ionique Ultek "Boostivac" de 25 litres par seconde, permettant avec l'appoint de sublimateurs de titane une vitesse de pompage de 500 litres par seconde pour les gaz actifs.

Pendant l'étuvage initial de l'enceinte et de la pompe ionique, qui a duré suivant les échantillons de 12 à 20 heures à une température de 200 à 400°C, les produits désorbés sont évacués par le groupe à diffusion. Après refroidissement, la pression mesurée par une jauge Bayard-Alpert est de l'ordre de 10^{-8} - 10^{-9} torr. La pompe getter-ionique est alors mise en fonctionnement et l'ensemble enceinte-pompe ionique isolé du groupe de pompage à diffusion par fermeture d'une vanne à ultra-vide Riber. Selon les conditions de dégazage, la pression finale se situe dans la gamme des 10^{-9} ou dans la gamme des 10^{-10} torr.

Deux hublots montés sur l'enceinte permettent de suivre le comportement des échantillons.

2) Echantillons (cf planche II).

Nous avons adopté au cours de l'avancement du travail plusieurs types de géométries d'échantillons :

(a) Dans l'intention première d'examiner l'influence du poli superficiel, des cisaillements interfaciaux et de la température, nous avons opéré sur des *échantillons en 3 parties* : 2 parties cylindriques de section voisine du centimètre carré compriment un parallélépipède de 45x35x20mm. Ce dernier peut être animé d'un déplacement relatif tangentiel et comporte sur ses faces latérales un fil chauffant "thermocoax" à gaine étanche au vide permettant d'atteindre 350-400°C au niveau des surfaces en contact. Des guides en acier inoxydable, solidaires de l'enceinte, assurent le bon alignement des 3 parties de l'échantillon. Celles-ci sont généralement soigneusement polies mécaniquement et électrolytiquement, puis rincées immédiatement avant fixation dans l'enceinte et mise sous vide.

(b) Afin d'obtenir des surfaces très propres par *rupture d'un barreau* dans l'ultra-vide suivie d'une remise en contact rapide, et de suivre l'évolution de l'aire de contact par mesures électriques, nous avons adopté des échantillons cylindriques de 70mm de long, 15mm de diamètre, encagés par leurs deux extrémités saillantes (20mm de diamètre, 8mm d'épaisseur) sur des supports en acier inoxydable, isolés électriquement par du mica et fixés directement à la presse. La section de rupture est amorcée par une *entaille profonde* ou un étranglement progressif et varie suivant les échantillons de 50 à 100 millimètres carré. Un système de guidage solidaire des demi-échantillons assure leur alignement.

(c) La non reproductibilité des résultats sur les échantillons rompus étant attribuée à l'imprécision géométrique de l'entaille et de l'alignement (difficultés d'isolement électrique) nous avons systématiquement remplacé l'entaille profonde par un *étranglement progressif* de la section de l'échantillon (angle de raccordement de 30° avec les génératrices des parties cylindriques) et construit un système d'alignement constitué de 3 tiges guide en acier inoxydable fixées et coulissant sans jeux sur de nouveaux supports non isolés électriquement. La longueur totale de ce type d'échantillon est de 60mm, dont 2 têtes de 8mm d'épaisseur et 20mm de diamètre. Le diamètre des parties cylindriques avant l'étranglement est de 12 mm. Des fils chauffants Thermocoax, à gaine étanche sous vide, enroulés autour des supports d'échantillons permettent de porter ces derniers à une température voisine de 250°C contrôlée par thermocouple.

(d) L'obtention par sciage sous ultra-vide de surfaces propres, non perturbées par la striction avant rupture nous a enfin conduit à opérer sur des échantillons présentant une partie utile cylindrique de 6 à 8mm de diamètre.

3) Application des forces (cf planche I)

Le dispositif de mise en contraintes comprend :

- d'une part, un ensemble à déplacement horizontal réversible assurant la compression normale et la traction nécessaire à la rupture initiale ou à la décohésion; 3 anneaux dynamométriques de calibre différent permettent de mesurer les forces correspondantes, à 5 kgf près au moins, jusqu'à 4 tonnes, (2 tonnes pratiquement).
- d'autre part, un ensemble à déplacement vertical réversible qui permet, pour le type d'échantillon (a) d'exercer des contraintes tangentielles sur le parallélépipède central et ainsi d'obtenir un décapage mécanique des surfaces en contact, pour le type (d) d'assurer la progression verticale très lente de la fraise-scie lors du tronçonnage.

Les vis différentielles de la presse horizontale sont actionnées soit par un moto-réducteur, soit par un ensemble moteur-variateur-réducteur. Elles sont susceptibles de communiquer à l'ensemble anneau-supports-échantillon, par l'intermédiaire de soufflets en acier inoxydable, un allongement compris entre 0,02 et 0,2 millimètre par minute.

Les 2 ensembles peuvent être désolidarisés de l'enceinte et retirés lors de l'étuvage.

4) Dispositif de sciage (cf planche I).

Un couvercle spécial de l'enceinte, monté sur joint en or, porte par l'intermédiaire d'un soufflet en acier inoxydable le support vertical de la fraise-scie. Cette fraise-scie de 80mm de diamètre, 0,5mm d'épaisseur est montée sur un axe en acier CN5 portant sur des paliers en acier inoxydable (réfractaire Ugine NS 30). Une légère lubrification au bisulfure de molybdène sphéroïdal permet d'éviter les grip-pages sous vide. Le couvercle comporte également un passage magnétique tournant de marque Varian transmettant un couple de 1 mètre kilog à 800 tours par minute, à la

fraise-scie par l'intermédiaire d'un flexible sous gaine d'inox. Le passage magnétique est entraîné par un moteur électrique de 1 CV fixé au bâti de l'enceinte.

5) Dispositif de mesure des déplacements horizontaux et des déformations de l'échantillon.

De part et d'autre de l'enceinte 2 comparateurs au centième de millimètre s'appuient sur l'extrémité externe des supports d'échantillon. Comme ces supports sont massifs et résistants, l'allongement global des échantillons peut être déterminé en dynamique à 0,02 millimètre près. Des repères tracés dans la partie centrale des échantillons permettent de contrôler lors de l'ouverture de l'enceinte les allongements trouvés.

6) Mesure des résistances électriques des échantillons de type (a) et (b) .

Les extrémités des échantillons isolés électriquement sont pourvues d'amenées de courant et de prises de potentiel qui permettent de suivre en fonction de la force exercée l'évolution de la résistance électrique à travers l'interface.

Une alimentation stabilisée en courant à 10^{-4} près, de marque "Solartron" débite un courant de 4A dans le circuit d'échantillon. La possibilité d'inverser le sens du courant permet d'éliminer les forces électromotrices parasites. Les tensions aux bornes des échantillons et de la résistance étalon sont mesurées avec une précision supérieure au centième à l'aide d'un potentiomètre "Cambridge" du type Microstep placé dans une pièce thermostatée au demi-degré près.

7) Analyseur de gaz.

Un spectromètre de masses de marque Veeco du type GA₄, sensible à 10^{-14} t. en pression partielle, monté sur l'enceinte à vide, permet l'analyse des gaz résiduels et l'étude de la désorption sous contrainte des échantillons.

8) Dispositif de sublimation.

Un filament getter-titane livré par la C.S.F. comprenant une âme de tungstène de 0,2mm sur laquelle on a bobiné un fil de titane de 0,2mm avec un intercalaire de tungstène de 0,15mm, est fixé sous l'échantillon. Après sciage, les 2 par-

ties tronçonnées sont écartées d'un centimètre et le titane est pulvérisé sur les surfaces d'adhésion pendant quelques minutes en faisant parcourir le filament par un courant de 5-6 ampères.

9) Dispositifs annexes de préparation des échantillons.

Un four pouvant atteindre 1000°C sous un vide secondaire de 10^{-5} torr permet le recuit de certains échantillons, et notamment la recristallisation à gros grains d'échantillons d'aluminium soumis à l'écrouissage critique.

Un second four est utilisé pour la dézincification d'échantillons de laiton.

10) Autre montage expérimental (cf planche II).

Un second montage expérimental a été mis au point pour l'étude de l'adhésion de rubans d'aluminium.

L'enceinte tubulaire en acier inoxydable de 10cm de diamètre, 20cm de long est évacuée par un groupe à diffusion d'huile Balzers comprenant une pompe à palette, un booster et une pompe secondaire à 3 étages. Après le tamis à zéolithe destiné à piéger les vapeurs résiduelles d'huile, la vitesse de pompage est de l'ordre de 1 litre par seconde.

Après une journée d'étuvage à 400°C qui tient lieu également de phase de recuit du ruban, le vide obtenu dans l'enceinte est de l'ordre de 10^{-8} - 10^{-9} torr.

Le ruban d'aluminium, replié sur lui-même, a ses extrémités pincées sur les tiges en kovar (isolées électriquement) d'un passage à vide d'où sortent également les prises de potentiel.

Le point médian du ruban peut être soumis à une traction de 50 kgf à l'aide d'un dispositif comprenant une vis, un anneau dynamométrique et la tige de traction, isolée électriquement et reliée à l'enceinte par un soufflet en acier inoxydable.

Une presse latérale permet de comprimer le ruban sur lui-même sur une aire prédéterminée par la surface soigneusement polie de 2 petites enclumes en acier cémenté.

L'isolement électrique permet à la fois le chauffage du ruban par effet Joule (17A pour atteindre 550°C) et le contrôle de sa résistance électrique.

B - PRESENTATION GENERALE DES ESSAIS EFFECTUES.

Compte tenu des résultats parfois confus et contradictoires mentionnés dans la bibliographie, notamment sur l'adhésion comparée de couples de métaux différents déformés dans des conditions non comparables, nous avons centré notre étude sur l'auto-adhésion à la température ambiante de l'aluminium et du cuivre. Ces métaux sont en effet ceux de structure cubique-à-faces-centrées les plus étudiés, et certaines de leurs caractéristiques (point de fusion, énergie de faute d'empilement, énergies de formation et de migration des défauts ponctuels, propriétés de l'oxyde) sont suffisamment différentes pour que l'activation thermique de la température ambiante affecte différemment leur comportement à l'adhésion. Un nombre restreint d'expériences a d'ailleurs envisagé l'influence de l'activation thermique jusque vers 250°C pour en préciser la complexité.

Par ailleurs, un nombre limité d'essais ont porté sur l'auto-adhésion de métaux autres que l'aluminium ou le cuivre afin de déterminer la part de certains mécanismes élémentaires à travers des propriétés particulières : dureté et faible oxydabilité du *nickel*, faible oxydabilité et faible énergie de faute d'empilement de l'*argent*, structure hexagonale et accroissement vers 200°C de la ductilité du *magnésium*, porosité et concentration variable en atomes dissous du *laiton* partiellement dézincifié sous vide, durcissement structural du *duralumin*.

La pureté et la provenance des métaux utilisés étaient les suivantes

Aluminium suivant les échantillons	{	pureté commerciale > 99,8% (Minerais et Métaux)
		99,99% (Metals Research)
		99,995% rubans 7x0,2 mm (Johnson-Mathey)
		99,995% 2 monocristaux (Semi Elements Inc.)
		99,999% (Minerais et Métaux)
Cuivre suivant les échantillons	{	pureté commerciale > 99,8% (Minerais et Métaux)
		électrolytique 99,9% (Weber)
		99,99% (Metals Research)
		99,999% (Minerais et Métaux)

Nickel	pureté > 99,8 recuit (S.A. Le Ferro-Nickel)
Argent	99,99% (Comptoir Lyon Alemand)
Magnésium	pureté > 99,8% (Minerais et Métaux)
Laiton	commercial à 38% de zinc (Weber)
Duralumin	AJ4G

La mise au point progressive du dispositif expérimental et la probabilité assez réduite d'obtenir simultanément les conditions expérimentales optimales (précarité de l'ultra-vide, nombre important de paramètres inter-dépendants à contrôler) ont souvent interdit une conduite systématique des expériences.

De plus, les conditions à l'interface de l'échantillon dans l'enceinte sont difficiles à préciser. A partir de la force de compression ou de traction on ne peut déterminer que l'évolution de la contrainte moyenne lorsque l'aire de contact peut être estimée (difficultés dues à la striction préalable des échantillons ductiles rompus sous vide). Parallèlement, nous n'avons pu suivre l'évolution que de la déformation globale d'une zone entourant l'interface et les mesures électriques se sont avérées d'un faible secours pour déterminer la déformation et l'aire interfaciale effectives.

Lorsqu'un même échantillon fait l'objet d'essais successifs, la reproduction des mêmes paramètres extérieurs (force globale de compression, déformation linéaire, ou temps de compression à vitesse donnée) suggérée par certains auteurs est assez illusoire car elle s'accompagne de modifications de la topographie interfaciale (relief, rugosité, lignes de glissement sur les surfaces de contact), de la consolidation massique et superficielle, de l'adhérence des films contaminants (désorption des gaz occlus sous le film d'oxyde localement rompu, notamment). Aussi les derniers échantillons étudiés ont-ils le plus souvent fait l'objet d'une seule compression suivie d'une décharge et d'un démontage précautionneux : l'examen métallographique de coupes longitudinales de la zone d'adhésion doit permettre de préciser les conditions interfaciales (micro-vides et inclusions, évolution de la structure du grain, relations d'orientation, appréciation de la densité de dislocations par figures d'attaque ...)



Il serait trop fastidieux de retracer la totalité des essais effectués sur la centaine d'échantillons étudiés. Nous nous contenterons d'en commenter les plus marquants en adoptant l'ordre suivant :

- A - Essais préalables à la pression atmosphérique.
- B - Essais sous vide d'échantillons usinés en 3 parties à l'atmosphère
- C - Essais sous vide d'échantillons usinés en 2 parties à l'atmosphère
- D - Essais sous vide d'échantillons rompus in situ
- E - Essais sous vide d'échantillons sciés in situ
- F - Essais sous vide de rubans d'aluminium.

CHAPITRE III

EXPOSÉ COMMENTÉ DES PRINCIPAUX ESSAIS RÉALISÉS.

A - ESSAIS PRÉLIMINAIRES À L'ATMOSPHERE.

Dans le but premier de tester les successifs dispositifs de mise en contrainte et d'alignement des échantillons, des *essais d'adhésion à l'atmosphère* après rupture initiale, ont porté sur une vingtaine d'échantillons du type (b) en : aluminium (pureté : 99,9 ou 99,999%), cuivre (99,9), nickel ($> 99,8$) magnésium ($> 99,8$) et laiton α à 38% de zinc ou partiellement dézincifié sous vide.

La *section de rupture* était localisée par un étranglement progressif du diamètre de 15 à 8mm pour le 1er dispositif (échantillon de type b, 70mm de long) ou de 12 à 8mm (échantillon de type c, 60mm de long). L'angle de raccordement avec les génératrices des parties cylindriques était soit 15° , soit 30° (cas le plus fréquent) soit 90° (entaille annulaire).

Chaque échantillon était soumis à une *traction régulière* (vitesse de l'ordre de 10^{-3} par minute) jusqu'à rupture. Les demi-échantillons remis rapidement en contact (temps de séparation inférieur ou égal à 30 secondes) étaient ensuite comprimés aussi régulièrement qu'à la traction jusqu'à une force voisine de la résistance à la rupture précédente.

Ce niveau de contrainte a été adopté pour la plupart de nos essais parce qu'il correspond grossièrement au rétablissement du diamètre initial de la section de rupture pour l'aluminium et le cuivre et qu'il facilite l'interprétation du coefficient d'adhésion $\frac{\text{force de décohesion}}{\text{force de compression}}$. Après une période sous compression variant suivant les essais de quelques heures à une cinquantaine d'heures, les échantillons étaient déchargés et testés en traction à vitesse régulière (10^{-2} - 10^{-3} /mm). Les différents allongements relatifs et le taux de fluage dépendaient beaucoup du facteur géométrique d'entaille.

Dans tous les essais sur le cuivre, le nickel, le magnésium ou le laiton, la force de décohesion a été trouvée *insignifiante*.

Ces adhésions négligeables s'expliquent en première analyse par la *contamination* à l'air des surfaces fraîchement rompues. Parallèlement à l'effet d'écran

des films superficiels et à la fragilisation propre qu'ils introduisent lors de l'initiation de la rupture par décohésion, il est vraisemblable que les *cavités gazeuses* distribuées le long de l'interface jouent un rôle important. Ces micro poches sont isolées le long de l'interface lorsque les zones élémentaires de contact se rejoignent au cours de la déformation plastique superficielle. Les cupules microscopiques de faciès ductile, qui parsèment les surfaces d'adhésion après la rupture initiale "en cône et cratère" des échantillons de cuivre moyennement purs, favorisent le piégeage des gaz à l'interface. La compression axiale ultérieure ne suffit pas à réduire complètement la taille de ces poches du fait de *très fortes surpressions internes des gaz occlus ou désorbés* par les parois déformées des cavités. Au cours de la décharge, les contraintes réactives exercées par ces surpressions locales particulièrement en pourtour de cavité, expliqueraient un *cisaillement non simultané* des liaisons d'adhésion établies aux zones élémentaires de contact métal-métal.

Pour l'*aluminium*, où la déformation à rupture est particulièrement importante (allongement de l'ordre de 10mm pour les échantillons recuits de type c) la précision du dispositif d'alignement des demi-échantillons rompus (contrôle des microcisaillements) a une influence marquée sur la force de décohésion. Le *coefficient d'adhésion maximum observé* : 0,50 correspondait à l'essai suivant sur un échantillon d'aluminium 99,999 recuit du type b₂ : compression quelques secondes après rupture, sous une charge voisine de celle de rupture maintenue une cinquantaine d'heures. Pour tous les essais où l'exposition à l'air des demi-échantillons rompus a été supérieur à la minute, la force de décohésion a été négligeable pour les niveaux de compression utilisés. Il en a été de même pour les échantillons de pureté 99,8 non recuits. Enfin, dans tous les cas, même pour des temps de séparation des demi-échantillons après le 1er essai inférieurs à 5 secondes et des compressions bien supérieures à celle du premier essai, il n'y a jamais eu d'adhésion au second essai.

Il semble donc qu'une *forte déformation* lors de la striction à rupture soit *nécessaire* à l'obtention d'une *force de décohésion* mesurable. Lors de la compression l'effet Bauschinger faciliterait les accommodations plastiques locales à l'interface et, la section globale d'adhésion croissant radialement et régulièrement, la probabilité de formation de cavités gazeuses interfaciales serait réduite. Hormis les contaminants superficiels dispersés dans la zone interfaciale par les déformations superficielles très hétérogènes, la ductilité lors de la décohésion en serait *améliorée*. Toutefois, la texture interfaciale plus ou moins développée et la taille du grain très petite observée dans cette zone ont sans doute une influence directe sur les processus élémentaires d'adhésion proprement dite.

B - ECHANTILLONS TESTES SOUS ULTRA-VIDE ET USINES EN 3 PARTIES A L'ATMOSPHERE.

Pour éviter de trop fréquente démontages et étuvages de l'enceinte et pour suivre l'évolution de l'adhésion au cours d'essais successifs, chaque échantillon a fait l'objet d'une série d'essais :

Echantillon n°1	cuivre électrolytique	17 essais
Echantillon n°2	cuivre électrolytique	10 essais
Echantillon n°3	cuivre électrolytique	8 essais
Echantillon n°16	magnésium	3 essais

Toutefois, nous ne mentionnerons que les caractéristiques des essais les plus intéressants en notant par i.j le j^{ème} essai sur l'échantillon n°i.

1) Echantillons en cuivre.

(a) Influence d'un frottement mutuel de surfaces contaminées.

Les 3 échantillons, soigneusement polis au préalable à l'alumine puis électrolytiquement, ont été soumis à un recuit initial sous vide d'une vingtaine d'heures à 400°C (étuvage de l'enceinte). L'analyse des gaz résiduels de l'enceinte après refroidissement a montré une très forte concentration relative en hydrogène et une proportion beaucoup plus faible de vapeur d'eau. Une réduction partielle de l'oxyde superficiel s'effectue donc pendant la phase d'étuvage. En effet à 400°C l'équilibre de $(\text{Cu} + \text{Cu}_2\text{O})$ avec $(\text{H}_2 + \text{H}_2\text{O})$ correspond à $P_{\text{H}_2\text{O}}/P_{\text{H}_2} \sim 10^7$ si bien que l'atmosphère de l'enceinte est très nettement réductrice. Toutefois, la vitesse de réduction n'est pas liée à la pression de dissociation de Cu_2O (10^{-16} torr d'oxygène à 400°C), mais à l'adsorption d'hydrogène sur la surface de l'oxyde. Comme l'étuvage a lieu sous un vide meilleur que 10^{-3} torr, il est peu vraisemblable que tout le film d'oxyde soit réduit (en cuivre pulvérulent sans doute). Enfin, pendant les quelques heures de refroidissement jusqu'à température ambiante où le vide évolue de la gamme des 10^{-6} à celle des 10^{-9} torr, les surfaces d'adhésion ont été le siège d'une adsorption importante des gaz résiduels de l'enceinte.

En 1.1, 1.2, 2.1, 3.1 les surfaces d'adhésion, comprimées progressivement avec de fréquents paliers (mesures électriques régulièrement espacées) jusqu'à une contrainte normale moyenne de 7 ou 28 kgf/mm² n'ont donné lieu après quelques dizaines d'heures sous compression et une décharge très progressive à aucune force de décohesion.

En 1.4 à 1.12, 2.2, 3.2, quelques oscillations verticales de la partie centrale de l'échantillon sous faible charge normale ($0,25 \text{ kgf/mm}^2$) ont précédé immédiatement la phase de compression : des coefficients d'adhésion pouvant atteindre 0,4 ont alors été enregistrés.

C'est dire l'incidence d'un mouvement tangentiel relatif des surfaces à adhérer, au détriment même de leur poli. Les films superficiels sont arrachés et dispersés par les cisaillements dans les toutes premières couches atomiques d'interface. Les échauffements locaux du frottement contribuent à désorber les gaz faiblement liés à ces films (remontées fluctuantes des indications de la jauge ionique). Les irrégularités géométriques superficielles accentuées par le frottement localisent les déformations en compression, et les hétérogénéités de consolidation favorisent les imbrications des 2 réseaux. Les zones d'interaction métal-métal à l'échelle atomique voient donc leur aire accrue et les microcavités interfaciales en sont réduites.

(b) Influence du temps sous charge et du niveau de compression.

Les paliers fréquents et prolongés nécessités par les mesures électriques ont étagé la phase de compression entre une et trente heures, contribuant ainsi plus ou moins à la *relaxation progressive des contraintes élastiques*. Il n'a pas été possible de mettre en évidence une influence de la vitesse de compression entre paliers pour ce type d'échantillon (dans la gamme 10^{-1} - $10^{-3}/\text{mn}$). Pour une vitesse de déformation donnée, la reprise de la compression après chaque palier s'accompagne d'une évolution initiale plus rapide de la contrainte indiquée par l'anneau dynamométrique. Ce crochet ("Yield Point") est probablement lié à l'ancrage des dislocations par l'arrivée des défauts ponctuels créés par écrouissage dans les couches interfaciales. La brusque variation concomitante des indications de la jauge à ionisation reflète une certaine désorption superficielle des faces latérales ou des poches interfaciales.

Pour une compression moyenne de l'ordre de 7 kgf/mm^2 après un léger frottement tangentiel des surfaces (1.8 et 1.9), on note qu'une augmentation du temps sous compression de 12 à 24 heures entraîne un accroissement de 20% de la force de *décohésion*. Pour une compression plus importante (28 kgf/mm^2 en 2.4 et 2.5) ce paramètre apparaît sans influence dans la gamme 15-50 heures, tandis que pour des temps sous charge beaucoup plus longs (10 jours sous 28 kgf/mm^2 en 1.14) le fluage interfacial porte la force de *décohésion* à une valeur moitié de la résistance à rupture du cuivre recuit, malgré une *décohésion partielle* (cisaillements non simultanés) enregistrée en cours de traction.

A température ambiante, un essai caractérisé par un niveau de compression inférieur ou même égal à celui de l'essai précédent (1.14-1.15 par exemple) donne systématiquement lieu à une force de décohé sion très faible : un certain fluage plastique superficiel semble donc nécessaire. La phase de traction qui précède la mesure d'une force de décohé sion importante semble également diminuer cette dernière à l'essai suivant, sans doute par suite de modifications de la topographie et du durcissement interfaciaux.

(c) Influence de la température.

L'incidence d'une élévation de la température des échantillons avant, pendant ou après la compression d'adhésion est complexe : activation des processus de diffusion superficielle et massique, de montée des dislocations, de glissement dévié, abaissement des constantes élastiques et de la contrainte critique de cisaillement, accroissement de la ductilité et du fluage, désorption des gaz occlus ou adsorbés à l'interface.

Compte tenu des difficultés de contrôler (par mesure de la résistance électrique) une répartition voisine des contraintes sur les 2 faces de la partie centrale chauffée de l'échantillon, nous nous sommes limités à quelques essais.

2.3 : *frottement tangentiel* préalable; forte compression normale (2000 kgf) suivie d'une *décharge partielle* à 1600 kgf; maintien de l'échantillon vers 200°C pendant 4 heures, refroidissement et fluage sur 15 heures; force de décohé sion : 480 kgf (notons qu'en 2.4. et 2.5. des conditions expérimentales voisines, mais sans chauffage, ont donné des forces de décohé sion voisines de 100 kgf).

2.6 : *préchauffage et recristallisation* de l'échantillon pendant 6 heures à 350°C (vide $2 \cdot 10^{-8}$ torr); lors du *refroidissement* jusqu'à 50°C, mise en compression lente (3 heures) puis accélérée de 1000 à 2000 kgf; force de décohé sion: 400 kgf moindre qu'en 2.3. sans doute parce que la relaxation des contraintes élastiques est plus difficile à plus basse température de compression.

2.7 : *frottement tangentiel sévère* des surfaces, *précompression* sous 500 kgf à température ambiante; compression de l'échantillon chauffé à 225°C maintenue à 2000 kgf lors du *refroidissement* puis portée à 2250 kgf. La force de décohé sion importante : 875 kgf et celle encore appréciable : 300 kgf de 2.8, sous les mêmes conditions mais à température ambiante, laissent supposer une modification de la structure du métal à l'interface.

2.9 : *précompression* sous 500 kgf à la température ambiante; échantillon chauffé vers 225°C puis comprimé et maintenu pendant 5 à 6 heures sous 2000 kgf à cette température; 15 heures après l'arrêt du chauffage, la force de

compression à la température ambiante n'est plus, du fait des déformations de l'échantillon, que de 1170 kgf. Après traction, la force de décohésion : 1360 kgf est voisine de la résistance du cuivre recuit.

Ces essais montrent l'intérêt du revenu de recristallisation et de l'évolution de la sous structure pendant le fluage à 225°C (la polygonisation du cuivre est relativement difficile).

④ Influence de la contamination des surfaces d'adhésion au vide de l'enceinte.

L'essai 1.11, caractérisé par une force de décohésion identique à 1.10, montre l'influence négligeable d'une exposition de 15 heures des surfaces d'adhésion à l'environnement de l'enceinte sous $2 \cdot 10^{-9}$ torr. A l'essai suivant, un frottement tangentiel des surfaces suivi d'une compression normale sous 10 kgf/mm^2 exercée durant 20 heures a entraîné un coefficient d'adhésion de 0,38 voisin des plus fortes valeurs trouvées sur ce type d'échantillon. Comme nous le verrons plus loin, les gaz résiduels de l'enceinte comprennent essentiellement de l'hydrogène et à moindre titre de l'azote et de l'oxyde de carbone tandis que les pressions partielles d'oxygène et de vapeur d'eau sont inférieures à 10^{-13} torr. On admet généralement que l'exposition nécessaire à la formation d'une monocouche adsorbée est de l'ordre de 10^{-6} torr-seconde; par suite le taux de recouvrement des surfaces d'adhésion par les gaz susceptibles de se chimisorber est négligeable et on peut admettre que l'hydrogène physisorbé est sans influence sur l'adhésion. On peut justifier ce dernier résultat par la diffusivité sous contrainte dans la zone interfaciale de l'hydrogène non désorbé, par les premières déformations des surfaces en contact. D'une façon générale, les cisaillements imposés lors du frottement mutuel de ces surfaces suffisent à rendre négligeable l'influence de l'ensemble des gaz résiduels puisque l'exposition cumulée des surfaces d'adhésion (correspondant à plus de 20 heures pour les derniers essais) n'a pas systématiquement abaissé les valeurs de force de décohésion trouvées.

Il semble bien plutôt que ce soient les répartitions dissymétriques des contraintes aux 2 interfaces lors de la décohésion qui limitent la valeur du coefficient d'adhésion à température ambiante. Ainsi les faibles forces normales de décohésion mesurées sur l'échantillon n°3 et les ruptures locales (périphériques ou partielles (alignement defectueux) qui en sont à l'origine, sont à relier aux marques très dissymétriques de collage (avec transfert métallique) observées sur les 2 faces de la partie centrale après ouverture de l'enceinte.

Il est intéressant de noter qu'un chauffage de cet échantillon à 250°C aux essais 3, 5 et 7 a donné lieu à des forces de décohésion beaucoup plus impor-

tantes qu'aux essais voisins à température ambiante, (coefficient d'adhésion de l'ordre de 0,4) malgré 2 décollements partiels importants enregistrés à l'anneau dynamométrique au cours de chacune des tractions.

(e) Mesures électriques.

Pour ce type d'échantillon nous avons mesuré la résistance électrique entre le milieu de la partie centrale et la tête de chacune des parties cylindriques. En jouant simultanément sur les 2 vis de la presse nous maintenions très voisine la valeur de ces 2 résistances en cours de compression ou traction dans l'espoir qu'il en serait de même pour les aires effectives de contact. La demi-somme des valeurs trouvées devait renseigner sur l'évolution de l'aire interfaciale en fonction de la charge appliquée.

Lors de la compression, la résistance électrique décroît très rapidement lorsque la charge croît de quelques kgf jusque vers 50kgs, plus lentement entre 50 kgf et 300-350 kgf (correspondant à la limite élastique du cuivre), très lentement au-delà. Cette décroissance se situe environ entre une dizaine de $\mu\Omega$ et $2\mu\Omega$.

La décroissance est plus lente lors du 1^o essai (cf courbe 1 relative à l'essai 1.1) où la couche superficielle d'oxyde n'a pas encore été rompue par la déformation plastique des aspérités de contact, ou après un frottement mutuel important des surfaces d'adhésion par suite de l'altération de leur rugosité (courbe 2 relative à 1.12).

Cette dernière courbe montre également l'importance aux faibles charges du fluage sur l'évolution de l'aire effective d'adhésion après frottement initial, influence qui semble plus difficile à mettre en évidence par mesures électriques aux fortes charges. Ainsi sous 1 kgf/mm^2 la résistance d'interface varie de $1,0\mu\Omega$ en 20 heures de fluage alors qu'elle ne varie que de $0,1 \mu\Omega$ pendant le même temps sous 10 kgf/mm^2 . On peut penser que les zones d'interaction microscopiques croissent avec la contrainte appliquée (ou le fluage) aux dépens d'îlots où les films contaminants non dispersés font écran aux interactions des ions métalliques mais permettent par effet tunnel un certain échange d'électrons libres, fonction du rapprochement local des réseaux métalliques. Il est difficile de préciser s'il y a évolution parallèle des aires de "contact électrique" et de "contact d'adhésion".

Lors de la décharge, les mesures électriques permettent de prévoir s'il y a ou non adhésion et d'évaluer la relaxation interfaciale des contraintes élastiques de compression. En 1.1, 1.2, 1.3 par exemple, où aucune force de décohé- sion n'a pu être enregistrée du fait de la contamination des surfaces d'adhésion,

la résistance électrique lors de la décharge est remontée très régulièrement à partir de 150-200 kgf jusqu'à reprendre ses valeurs avant compression (cf courbe 1). Au contraire, pour tous les essais (après frottement initial des surfaces d'adhésion) où l'on a pu mesurer une force de décohesion la résistance électrique interfaciale reste remarquablement constante durant la décharge (cf courbe 2). Pour l'essai 1.8 notamment (cf courbe 3), la décharge jusqu'à contrainte nulle a été suivie d'une nouvelle compression, identique à la première et d'une seconde décharge avant mesure de la décohesion : les 3 phases ont été caractérisées par la même résistance interfaciale (à la précision près du Cambridge). La relaxation des contraintes élastiques de la compression est donc négligeable à l'interface pour les essais où un frottement initial a dispersé les films chimisorbés, et modifié la rugosité superficielle (légère baisse, liée au fluage de ces aspérités, de la résistance électrique sous compression maximum) mais importante en présence d'un film superficiel chimisorbé. Le film physisorbé pendant les 15 heures d'exposition des surfaces d'adhésion à l'essai 1.11 n'a pas entraîné de variation de la résistance électrique au cours de la décharge.

Pour l'échantillon n°3 les essais n'ayant donné lieu à aucune force de décohesion ont été caractérisés lors de la décharge par une remontée comparable de la résistance électrique à partir de 400 kgf : les répartitions de contraintes dissymétriques ont réduit plus tôt l'aire effective de contact que pour les échantillons n°1 et 2 mais, à charge égale, la résistance électrique en décharge est toujours restée inférieure à celle en compression. Pour l'essai 3 (chauffage de l'échantillon après compression) la résistance électrique, constante lors de la décharge à température ambiante, s'est accrue dès le début de la traction. Pour les essais 5 et 7 (courbe 4) où les échantillons ont été chauffés avant compression, la résistance électrique est restée constante même en traction montrant ainsi la force des liaisons d'adhésion et l'absence de retrait élastique. Les décohésions partielles se sont traduites par de brusques remontées de la résistance électrique, sensiblement proportionnelles au saut de la contrainte de traction. Juste avant rupture l'accroissement très rapide de résistance électrique sous une charge presque stabilisée à vitesse de déformation constante montre le caractère ductile de cette rupture à température ambiante. Il est bon enfin de noter qu'une compression maximum égale à celle de l'essai 7 (15 kgf/mm^2) maintenue pendant 1 mois à l'essai 6 n'a donné lieu qu'à une force de décohesion infime malgré le frottement mutuel initial. Un fluage prolongé à la température ambiante sous une charge comparable à celle de l'essai précédent semble donc ne pas pouvoir remplacer, dans le cas du cuivre, la déformation interfaciale additionnelle nécessaire.

2) Echantillon de magnésium.

Un premier essai a consisté à comprimer l'échantillon sous $7,5 \text{ kgf/mm}^2$ pendant une cinquantaine d'heures sans aucun frottement mutuel des surfaces. La force de décohesion nulle après décharge s'explique par la faible déformation superficielle incapable de rompre le film d'oxyde adhérent.

Les essais suivants ont été conduits vers $200-250^\circ\text{C}$, zone où la ductilité du magnésium est fortement accrue. En 16.2 la dilatation thermique elle-même a assuré la compression de l'échantillon sous 2 kgf/mm^2 pendant 30 mn (pour éviter une diffusion excessive). Le retrait au refroidissement (une dizaine d'heures) n'a donné lieu à aucune force de décohesion. En 16.3 l'échantillon a été préchauffé à 250°C , puis comprimé jusqu'à vers 1700 kgf (~ 1 heure à 250°). Après refroidissement à la température ambiante la décharge (une vingtaine d'heures après) n'a donné lieu à aucune force de décohesion. L'échantillon était pourtant très fortement déformé, le diamètre de la section d'adhésion étant passé de 10 à 18mm. Le film superficiel semble donc très efficace pour prévenir l'adhésion du magnésium. Il est vrai que la fragilité du joint d'adhésion s'accommodait sans doute assez mal de la géométrie de l'échantillon, particulièrement propice à la concentration des contraintes de traction sur le pourtour des sections utiles.

C - ECHANTILLONS USINÉS EN 2 PARTIES A L'ATMOSPHERE ET TESTES SOUS VIDE (10^{-9} torr).

A ce type d'échantillon correspond :

- n°27 : aluminium 99,999%; $\varnothing$ 12mm; gros grain (5mm); 1 essai
- n°35 : argent 99,99%; $\varnothing$ 12mm; 3 essais
- n°38 : cuivre 99,999; $\varnothing$ 12mm; grain moyen; 1 essai à température ambiante et 1 avec chauffage à 235°C .
- n°39 : argent 99,99%; $\varnothing$ 8mm; 1 essai à température ambiante et 1 essai avec chauffage à 235°C
- n°48 : aluminium 99,99%; $\varnothing$ 6mm; 1 essai
- n°49 : aluminium 99,99%; prétraction avant usinage à $\varnothing$ 5mm; 1 essai
- n°56 : aluminium 99,99%; $\varnothing$ 5mm; 2 essais

Ces échantillons ont été soigneusement polis électrolytiquement, rincés et remis sous vide en moins de 2 heures après polissage. Ils ont été recuits une quinzaine d'heures in situ à 300°C ou 200°C (49).

L'échantillon 27, recristallisé au préalable à très gros grains, ($> 5\text{mm}$) a été comprimé dans l'ultra-vide avec une vitesse de déformation de l'ordre de $3.10^{-3}/\text{mn}$, jusqu'à une contrainte moyenne de 15 kgf/mm^2 , correspondant à une déformation relative globale de 12% des parties cylindriques ($\varnothing 12\text{mm}$). Après une soixantaine d'heures de fluage (déformation additionnelle : $0,06\text{mm}$) l'échantillon a été déchargé et désolidarisé des vis de la presse. Aucune adhésion globale n'a pu être observée après ouverture de l'enceinte. Sur les surfaces frontales et latérales les hétérogénéités de déformation des grains rendent leur pourtour très apparent (planche VII).

Les planches VIII, IX, X reproduisent quelques-uns des nombreux clichés des surfaces d'adhésion observés au microscope métallographique, et la planche XI des détails de marques d'adhésion observés au microscope à balayage. On peut constater que du fait des déchaussements des grains certaines portions isolées de surface sont très peu déformées plastiquement. D'autres zones présentent au contraire, nettement superposée à leur propre système de lignes de glissement, l'empreinte de joints ou de noeuds triples proéminents de la face opposée. Les bandes de glissement sont épaisses, espacées avec de nombreuses déviations aux endroits plus déformés. Souvent le système de bandes de glissement de la face opposée s'est localement imprimé transversalement au système de glissement de la face considérée, de même que certaines aspérités superficielles non réduites par le polissage électrolytique. En dehors de *larges marques sur certains pourtours de grains* sans doute saillants et sévèrement déformés, on peut observer également des *marques d'adhésion allongées en bâtonnet* dans la direction d'un léger glissement relatif des surfaces pendant la compression. Certaines de ces marques ressemblent étrangement à des figures de corrosion. Nous n'avons pas observé de telles figures après le polissage électrolytique. De plus, leur orientation par rapport aux bandes de glissement est assez confuse. L'observation des zones correspondantes au microscope à balayage montre qu'en plus de ces marques, relativement grosses et du contour régulier, existent des portions de surface couvertes de *finex extrusions* (adhésions sur des bandes de glissement dévié) et d'autres présentant un *microrelief aux arêtes cubiques*. On peut retenir 3 hypothèses :

- la rupture du film d'oxyde se produit sur des îlots isolés correspondant à des conditions cristallographiques de glissement déterminées sur les faces opposées
- l'adhésion s'établit sur des plans cristallographiques privilégiés ou de préférence dans certaines conditions d'orientation
- la décohésion s'effectue plus facilement pour certaines orientations cristallographiques quelles que soient la ou les hypothèses retenues, l'influence complexe de l'*orientation relative des grains opposés* est primordiale dans l'adhésion d'échantillons à gros grains. Un facteur important pourrait être l'*inclinaison sur l'interface des plans de glissement actifs* à la surface des grains opposés.

L'échantillon 48 a été soumis, pour la même vitesse de déformation que le précédent, à une compression moyenne de 7 kgf/mm^2 (déformation globale voisine de 7%). Après 20mm sous charge, l'échantillon légèrement flambé ne présentait que de très légères marques d'adhésion sur la moitié de la section utile.

Pour l'échantillon 49, l'usinage en 2 parties n'a été réalisé qu'après une prétraction correspondant à un allongement relatif de 33%. Les demi-échantillons ont été ensuite recristallisés sous haut vide pendant 30 heures à 200°C . Toujours pour la même vitesse de déformation, une première compression jusqu'à 5 kgf/mm^2 suivie d'une première décharge et une nouvelle compression jusqu'à 10 kgf/mm^2 suivie d'une décharge immédiate ont donné lieu à une adhésion globale nulle sur les surfaces très déformées des demi-échantillons flambés.

L'échantillon 56 a résisté sans flamber à une compression moyenne qui a atteint 20 kgf/mm^2 (déformation relative globale des parties cylindriques de l'échantillon $\sim 35\%$). La décharge immédiate a été accompagnée d'un allongement quasiment nul (pas d'influence du retrait élastique) et suivie d'une traction jusqu'à rupture brusque (indice de fragilité) sous une contrainte moyenne globale de 3 kgf/mm^2 . Immédiatement, après rupture, une nouvelle compression identique à la précédente n'a donné lieu à aucune apparence d'adhésion après ouverture de l'enceinte. Les surfaces d'adhésion (planche VII) présentent une déformation annulaire (en saillant sur une surface, en rentrant sur l'autre) qui subsiste sans doute du 1er essai. Au microscope, (planche X) on observe des zones d'adhésion finement piquées entourant des "vallées" où les bandes de glissement parfaitement développées ne laissent supposer aucun contact interfacial. Il semble donc qu'une *contrainte globale importante* soit nécessaire pour engendrer par déformation interfaciale une aire d'adhésion appréciable sur des surfaces oxydées d'aluminium. Les grains très gros, tant par leurs déchaussements que par les bandes de glissement larges régulières et peu denses qui s'y forment sans coïncidence à travers l'interface, ne favorisent pas une *aire d'adhésion continue*.

2) Echantillon de cuivre.

L'échantillon 38 recuit in situ une trentaine d'heures à 300°C a fait l'objet d'une première compression à la *température ambiante* jusqu'à une contrainte moyenne de 18 kgf/mm^2 (déformation globale 9%). Durant les 50 heures du maintien de la charge la déformation additionnelle du fluage ($0,05\text{mm}$), à décroissance rapide dans la première heure a entraîné une baisse d'environ 85 kgf ($\sim 5\%$) de la force appliquée (relaxation des contraintes élastiques). Après décharge, aucune adhésion globale n'a pu être enregistrée.

Après 5mm sous 10^{-9} torr les surfaces d'adhésion ont été de nouveau comprimées jusque vers 10 kgf/mm^2 et les éléments chauffants internes mis en fonctionnement pendant 6 heures. Du fait de la *dilatation thermique*, la contrainte moyenne a crû jusque vers 16 kgf/mm^2 ($120^\circ\text{C} - \Delta l = 0,54\text{mm}$), puis la déformation en compression de l'échantillon a abaissé progressivement la force transmise par l'anneau dynamométrique. L'échantillon a atteint 200°C au bout d'une heure et demie et est resté environ 4 heures à la température maximum de 235°C . Au moment de l'arrêt des éléments chauffants la contrainte moyenne appliquée était très voisine de 13 kgf/mm^2 et l'allongement relatif global infime. Lors de la décharge, une quinzaine d'heures après, la contrainte moyenne appliquée à l'échantillon refroidi jusqu'à température ambiante était de l'ordre de $1,5 \text{ kgf/mm}^2$, sa contraction de $0,76\text{mm}$ ($< 2\%$).

L'échantillon démonté de ses supports ne présentait alors *aucune discontinuité* au niveau de la section d'adhésion (planche IV). La résistance électrique mesurée entre 2 repères distants de 25mm de part et d'autre de la section d'adhésion correspondait exactement à celle d'un cylindre continu de même section.

L'échantillon a été tronçonné longitudinalement par électro-érosion à la machine à étinceler. Les coupes longitudinales de la zone d'adhésion ont été polies au papier abrasif, puis au diamant, enfin électrolytiquement pour supprimer l'écrouissage superficiel du polissage mécanique. A ce stade, il n'est pas possible de distinguer le joint d'adhésion même au grossissement 1000 du microscope métallographique. Toutefois, un polissage électrolytique prolongé donne lieu à une attaque préférentielle le long de ce joint. Nous avons mis en évidence la structure du grain en attaquant 30 secondes, dans une solution aqueuse fraîche diluée à 10% d'HCl et contenant quelques cristaux de Ni Cl_2 , les surfaces polies électrolytiquement. La taille et l'orientation des grains de part et d'autre du "joint d'adhésion" suggèrent une recristallisation à partir de sa surface mais qui n'a pas traversé celle-ci à l'échelle d'observation (planche XII). On sait en effet que la mobilité des joints de grain pendant la recristallisation est considérablement réduite par des traces d'impuretés ou des pores : c'est sans doute le cas des joints du métal très pur aboutissant sur la surface contaminée du joint d'adhésion. On peut observer de nombreuses macles de recristallisation dans la zone interfaciale. L'épaisseur révélée du joint d'adhésion est comparable à celle d'un joint massif.

Ainsi un *recuit de recristallisation*, même à température relativement basse, donne lieu à une *cohésion interfaciale comparable à la cohésion massive* pour du cuivre pur aux surfaces d'adhésion pas trop contaminées (atmosphère réductrice de l'enceinte).

3) Echantillons d'argent.

Il était particulièrement intéressant de tester sous compression moyenne l'adhésion d'échantillons d'argent usinés en 2 parties à l'air, car d'une part l'enthalpie de formation de l'oxyde à l'atmosphère est particulièrement faible, et d'autre part *cet oxyde est relativement instable sous vide*. A la température ambiante la pression de dissociation de l'oxyde Ag_2O est de 0,16 torr d'oxygène {90}; elle est de $1,5 \cdot 10^4$ torr d'oxygène à 300°C , température d'étuvage (une quinzaine d'heures) des échantillons 35 et 39. Compte tenu de l'atmosphère résiduelle réductrice de l'enceinte, il est vraisemblable que tout l'oxyde est déjà transformé en argent pulvérulent avant la compression. Néanmoins, la réduction de l'oxyde n'exclut pas l'adsorption des gaz résiduels sur la surface importante offerte par l'argent pulvérulent superficiel. Ainsi la compression de l'échantillon 39 s'est accompagnée au spectromètre de masse d'une désorption correspondant aux pics 15 (CH_3^+), 16 (CH_4^+ , O^+) et 32 (O_2). Une partie de l'oxygène désorbé provient de la diffusion sous contrainte du gaz occlus sous forme atomique.

L'échantillon 35 a été soumis dans un 1er essai à une compression moyenne de 5 kgf/mm^2 sans qu'aucun traitement superficiel après le tournage n'ait précédé la mise sous vide. Malgré un mois sous cette compression et décharge précautionneuse, les demi-échantillons se sont séparés d'eux-mêmes lors de la remise à l'atmosphère. Au microscope, les rayures très fines du tournage sur les surfaces d'adhésion semblaient très peu déformées. L'échantillon a été de nouveau fixé tel quel dans l'enceinte et étuvé une quinzaine d'heures à 300°C (recuit et réduction de l'oxyde superficiel). Le 2° essai a été caractérisé par une compression sous 15 kgf/mm^2 (contraction globale 4,07mm soit $\sim 10\%$), maintenue 75 heures. Après décharge et remise à l'atmosphère, on n'a observé aucun collage. Les surfaces d'adhésion sont pourtant restées bien dressées et l'accroissement de leur diamètre de 12 à 12,56mm témoigne d'une déformation plastique appréciable (demi-échantillons légèrement en tonneau). On peut voir au microscope, sur ces surfaces très irrégulières des portions de lignes de glissement, mais aussi des rayures de tournage dans des zones moins déformées. Avant le 3° essai, les surfaces d'adhésion ont été soigneusement polies au papier abrasif puis au diamant (mieux qu'1°). Les demi-échantillons, maintenus séparés dans l'enceinte ont été alors vraisemblablement recristallisés pendant un nouvel étuvage d'une quinzaine d'heures à 300°C . Le grain obtenu était sans doute plus fin qu'à l'essai précédent car la compression sous 15 kgf/mm^2 du 3° essai a été caractérisée par un taux de consolidation du domaine de durcissement linéaire plus important (5/3 de l'essai 2) et une contraction globale faible (2,5mm). Après décharge (5 jours sous compression) et remise à l'atmosphère, les surfaces d'adhésion, décollées d'elles-mêmes avaient conservé leur poli et ne présentaient pas au micros-

cope de traces d'arrachements. Le *polissage mécanique superficiel*, en augmentant la surface initiale de contact et en introduisant une couche de structure différente du substrat n'est donc *pas particulièrement propice* à l'adhésion.

L'échantillon 39, non poli après tournage pour que les rayures concentriques localisent les déformations superficielles, a légèrement flambé lors d'une compression jusqu'à 9 kgf/mm^2 . Le manque d'alignement des demi-échantillons (moments de flexion dans la section d'adhésion) est en partie responsable de la force de déchésion nulle trouvée lors de la traction. La même compression a été appliquée une seconde fois et l'échantillon flambé porté pendant quelques heures à 235°C . Aucune adhésión globale n'a pu être observée. Au démontage il apparaît que les marques superficielles n'ont été supprimées par la déformation que sur la moitié des sections d'adhésion; nous n'avons pu repérer aucune marque d'adhésion au microscope.

Pour les 3 métaux étudiés, dont les oxydes respectifs sont pourtant caractérisés par des adhérences et des propriétés mécaniques bien différentes, il semble donc que des *contraintes locales très élevées* (supérieures à la résistance à la rupture du métal) soient *nécessaires pour rompre et disperser localement le film écran superficiel*, qu'il s'agisse de l'oxyde formé à l'atmosphère, de son résidu de dissociation (argent), ou d'une couche de polissage riche en molécules adsorbées.

D - ECHANTILLONS ROMPUS IN SITU SOUS ULTRA VIDE.

36 échantillons du type (b) ou (c) ont fait l'objet d'essais dans l'ultra-vidé. S'y rattachent 2 échantillons du type (d) qui ont été rompus sous vide après interruption du sciage à la suite d'incidents dans le système d'entraînement de la fraise-scie. Pour les échantillons n°4, 5, 6 et 7 la section de rupture était localisée par une première entaille annulaire de 5mm de large ramenant le diamètre de l'échantillon de 15 à 10mm puis par une entaille très fine au milieu de l'échantillon rétrécissant le diamètre de 10 à 8mm. Pour l'échantillon n°8 une entaille très fine ramenait directement le diamètre de 15 à 11,3mm (100mm^2 de section). Pour tous les autres échantillons nous avons localisé la section de rupture par un étranglement progressif du diamètre correspondant à un angle de raccordement de 30° avec les génératrices des parties cylindriques. Toutefois, à partir de l'échantillon n°36 nous avons préféré usiner sur l'échantillon une partie cylindrique de 34mm de long très légèrement entaillée en son milieu (cf éch. 40-43 planche V).

Après l'étuvage sous vide l'échantillon n°7 a été remis à l'atmosphère pour la rupture initiale (séparation des surfaces d'adhésion :3 minutes) puis remis aussitôt sous haut-vide.

Tous les échantillons ont été recuits in situ par un étuvage d'une quinzaine d'heures à 300°C (200°C seulement pour les n°51 et 52). Ce recuit a été précédé pour certains échantillons (29, 31) d'aluminium par une recristallisation à très gros grains ($\sim$ 5mm) en les portant, après une déformation de quelques %, à 500°C pendant plusieurs heures dans un four à vide secondaire.

Echantillon n°	Métal et pureté	Type et diamètre initial de la section d'adhésion	Nombre d'essais après rupture initiale
4	cuivre 99,9	(b) cf ci-dessus	15
5	cuivre 99,9	(b) cf ci-dessus	12
6	aluminium > 99,8	(b) cf ci-dessus	8
7	aluminium > 99,8	(b) cf ci-dessus	6
8	aluminium > 99,8	(b) cf ci-dessus	27
9	cuivre 99,9	(b) Ø 8	19
10	cuivre 99,9	(b) Ø 8	21
11	magnésium > 99,8	(b) Ø 8	16
12	magnésium > 99,8	(b) Ø 8	12
13	nickel > 99,8	(b) Ø 6	9
14	magnésium > 99,8	(b) Ø 8	9
15	nickel > 99,8	(b) Ø 6	9
18	aluminium > 99,8	(b) Ø 8	14
19	cuivre 99,9	(b) Ø 8	22
20	aluminium 99,999	(c) Ø 8	1 compres-décharge
21	aluminium 99,999	(c) Ø 8	6
22	cuivre 99,999	(c) Ø 8	1 compres-décharge
23	cuivre 99,9	(c) Ø 8	15
24	aluminium > 99,9	(c) Ø 8 avec un méplat	1 compres-décharge
25	aluminium 99,999	(c) Ø 9 avec un méplat	1 essai + 1 compres- sion-décharge
26	cuivre 99,9	(c) Ø 9 avec un méplat	idem
28	cuivre 99,999	(c) Ø 9	idem
29	aluminium 99,999	(c) Ø 9	idem
30	aluminium 99,999	(c) Ø 9	5
31	aluminium 99,999	(c) Ø 9	4
32	argent 99,99	(c) Ø 6	6
33	aluminium 99,999	cylindrique Ø 8	1 compres-décharge
34	laiton commercial 38%Zn, dézincifié	(c) Ø 6	4
36	cuivre 99,999	(c) partie cylindrique entaillée de Ø 8 à Ø 6	1 compres-décharge
37	argent 99,99	(c) entaille de Ø 8 à Ø 7	idem
40	cuivre 99,999	(c) entaille de Ø 8 à Ø 7	1 compres-décharge

Echantillon n°	Métal et pureté	Type et diamètre initial de la section d'adhésion	Nombre d'essais après rupture initiale
41	argent 99,99	(C) idem	idem
42	cuivre 99,999	(C) entaille de $\varnothing$ 10 à $\varnothing$ 8	idem
43	laiton 38% Zn partiel- lement dézincifié	(C) idem	idem
44	argent 99,99	(C) entaille de $\varnothing$ 8 à $\varnothing$ 7	idem
45	nickel > 99,8	(C) étranglement progressif de $\varnothing$ 8 à $\varnothing$ 5	idem
51	aluminium 99,99	(d) $\varnothing$ 8 scié sur 2mm	idem
52	aluminium 99,99	(d) $\varnothing$ 6 amorce de sciage sur 5/100mm	idem

1) Echantillons d'aluminium.

a) Rupture initiale.

Les échantillons 6 et 7, identiques, ont subi le même traitement thermique sous vide. La rupture initiale à l'air de 7 s'est effectuée apparemment comme celle sous vide de 6 : force maximum de traction 500 kgf, séparation après de longues strictions identiques jusqu'à contrainte nulle. L'échantillon 8 de section initiale minimum double (100mm^2) a eu le même comportement à la rupture (force de traction maximum 900 kgf et séparation sous contrainte nulle). L'étranglement progressif du diamètre de 15 à 8mm pratiqué sur l'échantillon 18 n'a pas modifié la résistance à la rupture (496 kgf) par rapport aux 6 et 7, mais la phase de striction a été brusquement interrompue sous 200 kgf.

La rupture des échantillons 20 et 21 identiques, du type (C), en métal très pur a été caractérisée par :

- Force maximum de traction voisine de 360 kgf (section initiale minimum 50mm^2 -allongement sous cette force : 4-4,5mm (environ 10% d'allongement relatif des parties cylindriques).
- Striction progressive jusqu'à force de traction nulle -allongement additionnel voisin de 4mm. L'allongement total avant séparation étalé sur 60mm de traction est donc de l'ordre de 8 à 8,5mm et correspond à un allongement relatif de l'ordre de 100% de la zone entaillée.

Les échantillons 29, 30 et 31 géométriquement identiques (type $\textcircled{C}$, diamètre minimum 9mm) différaient par la *taille du grain*. Le n°30, à grains moyens (0,30mm) a donné lieu à une force maximum de traction de 365 kgf et un allongement total de 11,3mm après striction jusqu'à contrainte nulle. Le n°31, à gros grains, ($\sim 4\text{mm}$), s'est séparé sous une force de traction nulle après 53mm et un allongement total de 12,25mm. Enfin le n°29 à grains un peu plus gros que le précédent certains grains atteignent 10mm) a donné lieu à une force maximum de traction de 330kgf et un allongement total en 64mm de 15mm (allongement relatif de la zone centrale centrale supérieur à 100%).

L'échantillon 33 de même pureté que les précédents comportait une partie cylindrique de 8mm de diamètre, 34mm de long sans entaille pour localiser la rupture. La force maximum de traction : 190 kgf atteinte en 50mm (allongement 30%) montre l'influence d'un étranglement progressif sur les autres échantillons : le caractère triaxial des contraintes introduit dans le tenseur contraintes une composante hydrostatique qui ne participe pas directement à la rupture. La striction très longue a conduit à un allongement total de l'échantillon de 19mm étalé sur 50+20mm. De même, l'échantillon 52, présentant initialement une partie cylindrique de 6mm de diamètre et 12mm de long, n'a été entaillé en son milieu que par un trait de scie de 5/100mm et sa rupture initiale peut être rapprochée de celle du 33. La force de traction maximum : 135 kgf est accompagnée d'un allongement de 3,92mm (plus de 30%) et la séparation sous contrainte nulle correspondait à un allongement total de 10,35mm. On a pu constater à travers les hublots de l'enceinte que chacune des surfaces d'adhésion est alors réduite à une pointe.

On imagine les risques de flambement d'échantillons si fortement étirés et la nécessité d'une localisation de la rupture par entaille même si cette dernière modifie le caractère uniaxial des contraintes appliquées.

Pour la plupart des échantillons rompus la zone de striction a subi un allongement de l'ordre de 100% étalé sur plusieurs dizaines de mm : une *texture de déformation* s'est donc développée sur plusieurs mm de part et d'autre de l'interface d'adhésion (cf coupe longitudinale de l'échantillon 25, planche XV).

b) Etude comparative de l'adhésion obtenue au 1er essai pour chaque échantillon.

----- α) Rétablissement de l'aire interfaciale.
.....

Dans un premier temps nous avons cherché, par analogie avec les essais effectués à l'air, à rétablir dès la première compression l'aire initiale de la section de rupture en appliquant une force de compression égale ou légèrement supérieure

à la résistance de rupture. Dans la mesure où la contraction en compression était équivalente à l'allongement en traction et où la résistance électrique de l'échantillon recouvrait sa valeur initiale, on pouvait admettre que le résultat était à peu près atteint. Plus simplement les mesures électriques pouvaient repérer au cours des essais successifs l'évolution de l'aire d'adhésion dont la valeur finale était déterminée au sortir de l'enceinte à vide.

Ainsi pour les échantillons 6, 7, 8 une force de compression égale aux 7/5ème de la force maximum de rupture a sensiblement rétabli l'aire initialement prévue pour la section d'adhésion. La force de décohésion (490 kgf pour 6, 825kgf pour 8) très voisine de la résistance à rupture, trouvée après une dizaine d'heures sous charge et traction, est signe d'une adhésion presque parfaite sur une section ayant retrouvé ses caractéristiques géométriques. Pour l'échantillon 6 comme pour le 8, la striction à rupture du 1er essai de décohésion ne s'est pas prolongée jusqu'à contrainte nulle comme pour la rupture initiale (séparation sous 220 kgf pour 6, 300 kgf pour 8) bien que la résistance électrique à travers l'interface n'ait pratiquement évolué. Cet indice de fragilisation doit être attribuée plus à la géométrie de l'entaille et à la concentration des contraintes sur son pourtour irrégulièrement rétabli à la compression (courbure locale) qu'à la fraction de monocouche physisorbée lors de l'exposition au vide après rupture initiale des surfaces d'adhésion (moins de 2mm sous $5 \cdot 10^{-10}$ torr). Par contre pour l'échantillon 7 (identique à 6) l'oxydation de 3mm à l'atmosphère avant le 1er essai a entraîné une rupture brusque pour une force de décohésion maximum de 200 kgf.

β) Niveau de compression.
.....

Après s'être assurés des possibilités d'adhésion complète de surfaces d'aluminium non contaminées et suffisamment déformées, nous n'avons plus cherché à rétablir par compression dès le 1er essai l'aire initialement prévue. En 8-1 une compression de 400 kgf (résistance initiale à la rupture 500 kgf) succédant à $5 \cdot 10^{-6}$ torr d'exposition au vide de l'enceinte et maintenue 70 heures a conduit à une force maximum de décohésion de 330 kgf. Jusqu'à cette force de traction la résistance électrique de l'échantillon n'a guère évolué (signe d'une faible déformation plastique). Une légère striction a cependant précédé la rupture (220 kgf).

L'échantillon 20 (de type C), en Al 99,999), destiné à l'examen métallographique, a été comprimé, après la même exposition des surfaces d'adhésion que le précédent, à un niveau légèrement supérieur (325 kgf pour 370 kgf de résistance initiale à la rupture) et déchargé immédiatement à peu près à la même vitesse de déformation. A la compression maximum, la contraction de 4,5mm n'a pas rattrapé les 8mm de l'allongement à rupture. La "soudure" s'est pourtant avérée parfaitement saine

sur un diamètre moyen de 6,4mm : il est même impossible, sur une coupe longitudinale, de suivre le joint d'adhésion entre les 2 extrémités diamétrales de l'entaille (planche XIII). Tout au plus peut-on le localiser dans des zones à grains plus petits ou, par endroits, où la densité de figures de corrosion (attaque à froid au "réactif aux 3 acides" après polissage électrolytique) est plus forte. L'allure des grains, très différente de celle d'une texture de déformation en traction, indique qu'une recristallisation s'est produite, sans doute pendant les mois de séjour à température ambiante qui ont précédé l'examen métallographique ou pendant la préparation de celui-ci. Contrairement à ce que nous avons observé sur l'échantillon 30 en cuivre, les joints de grains aboutissant à l'interface d'adhésion peuvent le traverser pendant la recristallisation : c'est dire le faible taux d'impuretés introduit par quelques minutes de physisorption des gaz résiduels de l'enceinte. La taille plus petite du grain à l'interface d'adhésion peut être précisément liée à une réduction de la mobilité des joints par ces impuretés, mais elle est plus vraisemblablement le reflet de déformations en compression plus importantes avant recristallisation. Un échantillon identique, comprimé dans des conditions très voisines, a donné lieu en 21.1 à une force de décohé-sion maximum de 282 kgf suivie d'une striction progressive jusqu'à contrainte nulle. L'allongement à rupture (3,6mm) confirme la ductilité du joint d'adhésion, que l'on peut d'ailleurs considérer comme parfait si on lui suppose le diamètre moyen trouvé pour l'échantillon 20.

Pour l'échantillon 25, également très pur, la texture de déformation en rupture reste nettement visible sur une coupe longitudinale après essais (planche XV). Nous avons adopté, après une exposition de $5 \cdot 10^{-6}$ torr-seconde, une force de compression maximum (145 kgf) moitié de la résistance à rupture. L'échantillon 24, identique et comprimé dans les mêmes conditions, montre nettement des *glissements déviés* sur la surface latérale au niveau de l'interface (planche XV). L'allongement lors de la décohé-sion sous contrainte nulle (égal à la contraction en compression soit 1mm) succédant à une force de traction maximum de 110 kgf confirme l'aspect ductile d'une microfractographie réalisée sur l'échantillon 24 -malgré des traces de fissures sur la périphérie latérale (planche XV)-. La compression identique de l'essai suivant (25-2, non suivie de décohé-sion, n'a pu qu'augmenter l'aire macroscopique de contact de 25-1 (consolidations $\frac{\Delta F}{\Delta l}$ voisines): on peut donc affecter à cette aire la valeur par excès de $13,5\text{mm}^2$ (mesurée après 25-2 et couverture de l'enceinte). On trouve alors que la résistance moyenne à la décohé-sion de 25-1, soit environ $8,2 \text{ kgf/mm}^2$, est supérieure à celle de la rupture initiale (6 kgf/mm^2) et comparable à celle du métal écroui. Les figures de corrosion des planches XV et XVI montrent qu'il est vraisemblablement produit une recristallisation de la zone interfaciale comme pour l'échantillon 20.

Le niveau de compression ne semble donc pas affecter les caractéristiques intrinsèques d'adhésion du métal pur rompu sous ultra-vide : il détermine seulement l'aire interfaciale effective.

Ce résultat est tout à fait confirmé par l'échantillon 33. L'absence d'entaille a en effet entraîné, à la rupture initiale un allongement très important et une striction complète de la section de cet échantillon qui a complètement flambé lors de la recompression (variation instantanée de la charge de 120 kgf à 0). A notre surprise, lors de l'ouverture de l'enceinte l'échantillon complètement flambé semblait parfaitement soudé sur un diamètre apparent de 6,2mm entre 2 pliages en genoux opposés (planche IV), ce qui a été confirmé par l'examen métallographique d'une coupe longitudinale de la zone adhérente (planche XXI).

Du fait de la striction de la section de l'échantillon lors de la rupture initiale il est très délicat de déterminer la contrainte instantanée même moyenne, appliquée à la section d'adhésion lors de la compression même en l'absence de flambement. Pour l'échantillon 52 par exemple, présentant une rupture initiale en pointe (cf a) la contrainte se stabilise à peu près à une valeur importante dès le début de la compression et c'est la surface de contact qui croît radialement pour supporter la charge croissance. La compression maximum de 77 kgf (résistance à rupture 135 kgf) correspondant à une contraction de 2,26mm (allongement à rupture 10,35mm) a porté l'aire d'adhésion (mesurée après décharge et ouverture de l'enceinte) à $5,8\text{mm}^2$ (planche V) la contrainte moyenne sur la section d'adhésion est alors de l'ordre de $13,5\text{ kgf/mm}^2$, mais la consolidation du métal est vraisemblablement plus importante dans sa partie centrale. La révélation du grain (HF dilué après polissage électrolytique) sur une coupe longitudinale de l'échantillon (planche XXI) montre que la texture fibreuse de la rupture initiale semble avoir subsisté à la compression dans la zone centrale (presque jusqu'à l'interface) mais que les grains semblent s'être couchés sur le joint d'adhésion sur le bord de la section.

γ) Très forte taille initiale du grain.
.....

L'échantillon 29 identique mais à grains beaucoup plus gros que le 25 a fourni des résultats très voisins dans des conditions expérimentales identiques. La force maximum de décohesion (144 kgf) a encore été suivie d'un allongement jusqu'à contrainte nulle comparable à la contraction de la compression (1,65mm sous 165 kgf). Une nouvelle compression identique a fixé l'aire de contact (mesurée après ouverture de l'enceinte) à sensiblement 18mm^2 , si bien que la contrainte moyenne de décohesion de 29-1 est très proche de celle déterminée en 25-1. Comme pour l'échantillon 31, la surface latérale près de l'interface d'adhésion est très tourmentée du fait des hétérogénéités de déformation des grains (planche III). Une coupe longitudinale réalisée après 29-2 n'a permis de déceler au microscope que quelques microcavités disséminées le long du joint au voisinage des gros grains.

c) Evolution de l'adhésion d'un même échantillon au cours d'essais successifs.

Après stabilisation de l'aire interfaciale (mesures électriques) l'échantillon 6 a été soumis lors des essais 4 et 8 à des conditions expérimentales très voisines (compression identique jusqu'à la résistance initiale à rupture notamment). La force maximum de décohésion de 6-8, légèrement supérieure à celle trouvée pour 6-4, montre qu'il n'y a pas de dégradation de l'aptitude à l'adhésion à la suite d'essais répétés. Par contre, la ductilité de la zone d'adhésion baisse au cours des essais.

Au cours de la longue séquence d'essais sur l'échantillon 8 on ne peut guère plus déceler de détérioration du coefficient d'adhésion. Ce dernier conserve par exemple sa valeur de 0,88 aux essais comparables 7, 15 et 24 (correspondant sensiblement à une contrainte moyenne en compression de 2 kgf/mm^2 maintenue une vingtaine d'heures), malgré une exposition des surfaces d'adhésion de quelques 10^{-2} torr-seconde à l'environnement de l'enceinte avant la compression de l'essai 24. Curieusement même, les effets d'une adsorption importante s'atténuent à l'essai suivant (en 8.23, 3 heures de séparation des demi-échantillons sous 10^{-6} torr) comme si certains gaz physisorbés étaient désorbés sous contrainte et les contaminants superficiels redistribués de façon moins fragile à l'interface.

Pour l'échantillon 21 (Al 99,999) la force maximum de compression adoptée pour les 6 essais correspondait à la force maximum de rupture initiale. La contraction correspondante a déchu régulièrement de 5,2mm à 1,2mm de l'essai 1 à 6 et la ductilité a suivi une évolution parallèle. La décohésion s'effectuait brusquement sous la force de traction maximum dès l'essai 4 (allongement en traction 1,3mm) alors qu'elle ne se produisait qu'après décroissance jusqu'à la contrainte nulle pour le 1er essai (allongement 3,6mm).

Le niveau de compression des essais successifs sur l'échantillon 31 (de même pureté que 21) correspondait à la moitié de la force maximum de rupture initiale. La décohésion s'est produite à chaque essai après décroissance régulière jusqu'à 0 de la force de traction dont la valeur maximum reste sensiblement identique. La perte de ductilité aux plus fortes compressions de l'échantillon 21 pourrait donc être le résultat de durcissement inhomogènes de la zone interfaciale. En 31-3 une recristallisation à gros grains (plusieurs mm) de l'échantillon après compression et décharge a donné lieu à une résistance maximum en traction de 75 kgf (résistance du métal recuit) contre 120 kgf à l'essai précédent, mettant ainsi en relief le durcissement du joint d'adhésion après l'écrouissage de compressions successives. Cette recristallisation a d'ailleurs presque doublé l'allongement total à rupture de l'échantillon par rapport à l'essai précédent.

En conclusion, il semble que la répétition d'essais sur un même échantillon d'Aluminium pur affecte la ductilité de la zone interfaciale mais assez peu sa résistance intrinsèque après des compressions équivalentes. La ductilité semble d'autant moins affectée que le métal initial est plus pur et à gros grains.

d) Influence de la contamination des surfaces d'adhésion.

α) Films chimisorbés.
.....

Nous avons déjà vu que pour l'échantillon 7, (pureté > 99,8%) identique et rompu dans les mêmes conditions que le 6, le 1er essai a été précédé d'une exposition à l'atmosphère des surfaces de contact durant 3 minutes. A suivi une compression jusqu'à 700 kgf tandis que l'enceinte était évacuée. La force de décohésion maximum : 200 kgf (à comparer à la résistance à rupture 500 kgf et à celle de 6.1:490kgf) a été enregistrée au moment de la rupture brusque de l'échantillon. Cette absence de ductilité s'est retrouvée au cours de tous les essais suivants bien que, en dépit de compressions de plus en plus faibles (500 kgf en 7-2 à 150 kgf en 7-6), le coefficient d'adhésion se soit constamment amélioré (0,35 en 7-2 à 0,63 en 7.6). En comparant les résultats des mesures électriques à ceux de l'échantillon 6 on trouve que la résistance électrique interfaciale augmente davantage lors de la décharge de l'échantillon. Cet accroissement de résistance interfaciale est d'ailleurs moins prononcé après plusieurs essais. La dispersion progressive du film d'oxyde semble donc favoriser la relaxation des contraintes élastiques le long de l'interface.

On retrouve les caractéristiques précédentes en 8-26, où un coefficient d'adhésion de 0,43 correspondant à une contamination de 10mm sous 10^{-3} torr.

Pour l'échantillon 30, en métal très pur, les surfaces d'adhésion ont été maintenues pendant environ 2 heures à l'atmosphère après rupture initiale sous haut-vide. Après l'étuvage d'une vingtaine d'heures à 300°C (qui a suivi l'évacuation de l'enceinte) et la recristallisation parallèle, une compression jusqu'à 187 kgf (moitié de la résistance à rupture) maintenue 12 heures a donné lieu en traction à une rupture brusque sous 98 kgf. Cette fragilisation du joint d'adhésion par les films d'oxyde et de molécules chimisorbées est encore accompagnée d'un allongement global à rupture négligeable. Elle semble tout à fait générale et s'atténuer à la suite de compressions répétées contrairement aux essais effectués à l'atmosphère (cf A). Après une dernière compression de l'échantillon 30 identique aux précédentes (voir g), décharge, et recristallisation in situ (5 heures à 250°C), l'échantillon 30 a été sorti de l'enceinte. Une coupe longitudinale de la zone interfaciale en a été réalisée à la machine à étinceler. La surface observée au microscope (planche XX) a été polie au diamant, puis électrolytiquement, enfin attaquée à froid 45s au "réactif aux 3 aci-

des". Contrairement aux observations sur les échantillons 20 et 25, et malgré la température plus élevée de recristallisation, le joint d'adhésion semble avoir été bloqué par les impuretés (oxyde, gaz chimisorbés) sur une ligne interfaciale bien dessinée par les figures de corrosion. Quelques microcavités, pouvant atteindre 200 μ , sont distirubées à l'interface le plus souvent entre gros grains (le pourtour est alors régulièrement arrondi). Par endroits, entre microcavités, les contaminants ont été dispersés et la migration des joints à l'interface ne permet plus de localiser précisément celui-ci (comme pour les échantillons 20 et 25 par exemple).

β) Films physisorbés dans l'enceinte.

Après étuvage prolongé l'ultra-vide de l'enceinte (pompe ionique) est constitué essentiellement d'hydrogène, à moindre titre d'azote et d'oxyde de carbone, d'hydrocarbures. Les pressions partielles d'oxygène et de vapeur d'eau sont très faibles ($\sim 10^{-13}$ et 10^{-12} torr respectivement).

En 6-7 une vingtaine d'heures d'exposition des surfaces d'adhésion au vide de l'enceinte ($5 \cdot 10^{-10}$ torr) a donné lieu sans baisse de ductilité à une force de décohésion légèrement supérieure à celle de l'essai précédent tout à fait comparable en dehors de l'adsorption sur l'aire de contact. Comme les gaz chimisorbés n'ont pu donner lieu pendant le temps de séparation qu'à un faible taux de recouvrement on peut penser que les gaz physisorbés sont sans influence sur l'adhésion parce qu'ils sont désorbés lors de la compression. Nous avons pu observer en effet lors de la compression des fluctuations légères dans la hauteur des pics 2 (hydrogène), 14 (N^+), 15 (CH_3^+) 16 (CH_4^+) enregistrés au spectromètre de masses.

L'essai 19 sur l'échantillon 8 a paraillement été précédé d'une exposition de 15 heures à l'ultra vide de l'enceinte. Une compression vers 200 kgf sur une aire apparente de contact stabilisée à 100mm² a donné lieu après 5 heures sous charge à une force maximum de décohésion de 175 kgf tout à fait comparable à celle obtenue sans exposition préalable et dans les mêmes conditions de compression lors d'essais antérieurs. Pour l'essai 23 de ce même échantillon nous avons arrêté le pompage ionique pendant 3 heures après séparation des surfaces d'adhésion. La désorption de l'enceinte a produit pendant ce temps une remontée progressive de la pression intérieure de $8 \cdot 10^{-10}$ à $3 \cdot 10^{-6}$ torr (pression supérieure à $1 \cdot 10^{-6}$ torr durant les 2 heures avant compression). La physisorption des gaz désorbés par les parois du système sur les surfaces d'adhésion n'a, là encore, nullement affecté cette dernière puisqu'une force maximum de décohésion de 185 kgf a été enregistrée après 10mn de compression sous 250 kgf. Notons qu'en 8-19, comme en 8.23, il n'y a pas eu de remontée notable de la résistance électrique lors de la décharge-traction comme pour les essais avec gaz chimisorbés à l'interface.

Les mêmes conclusions se dégagent de 8-9 où après une exposition de 26 heures sous 1.10^{-8} torr (10^{-3} torr.seconde) une compression sous seulement 80 kgf (contrainte moyenne : $0,8 \text{ kgf/mm}^2$) a donné lieu à une force de décohésion de 92kgf, intermédiaire entre celles des 2 essais précédents (sans exposition préalable) sur le même échantillon.

Pour l'échantillon 31, très pur et à très gros grains, nous avons fait suivre la rupture initiale d'une exposition des surfaces d'adhésion d'une vingtaine d'heures sous 4.10^{-9} torr. Une compression jusqu'à 150 kgf (contraction 1,3mm) a porté l'aire apparente d'adhésion à une valeur voisine de 20mm^2 (estimée par recoupements). L'échantillon a été instantanément déchargé et testé en traction : après une force de décohésion maximum de 125 kgf (résistance du métal écroui) la traction s'est prolongée continuellement jusqu'à contrainte nulle. L'allongement total en traction (1,42mm) a même été supérieur à celui obtenu en 25-1 sans exposition préalable appréciable et cette ductilité s'est maintenue au cours des essais suivants.

Rappelons enfin que nous avons observé, en particulier sur l'échantillon 20(cf a), que les gaz physisorbés à l'interface n'empêchaient pas (après compression) les joints de traverser ce dernier lors de la recristallisation à température ambiante d'aluminium très pur.

En conclusion, il semble donc que quel que soit le niveau de compression ou de déformation, l'adsorption préalable de gaz physisorbés sur les surfaces d'adhésion de l'aluminium n'affecte ni la résistance ni la ductilité ni les possibilités de migration par recristallisation du joint d'adhésion. Ceci justifie à posteriori les possibilités de comparaison entre essais non homologues.

e) Influence de la vitesse de déformation et des paliers en compression ou en traction.

Cette influence peut ressortir de la comparaison de 3 essais sous une même compression de 250 kgf exercée quelques minutes :

- 8.8 : compression et traction très lente interrompues par de fréquents paliers (mesures électriques)
- 8.11: compression et traction rapides sans palier
- 8.12: compression sans palier, trois fois plus lente qu'en 8.11; nombreux paliers en traction.

Forces de décohésion respectives 175, 195, 185 kgf.

Il semble donc qu'une augmentation de la vitesse de déformation et l'absence de palier en compression comme en traction permettent d'enregistrer des forces de décohésion un peu plus fortes. Les crochets de traction ou de compression, observés notamment après chaque palier prolongé, peuvent être à l'origine de fragilisations locales.

Pour la plupart de nos essais nous avons donc renoncé aux mesures électriques et utilisé le motoréducteur communiquant un allongement de 0,2mm par minute à l'ensemble anneau-support-échantillon (allongement de l'échantillon de l'ordre de 5.10^{-3} - 10^{-2} par minute).

f) Influence du niveau de compression et du temps sous charge.

Nous avons déjà vu qu'en l'absence de contamination interfaciale le niveau de compression contrôlait l'aire apparente de contact et que la force maximum de décohesion enregistrée en traction représentait à peu près la résistance propre du métal sur cette aire. Dans la mesure où grossièrement l'aire de contact varie proportionnellement à la force de compression (cf courbe 5 relative à l'évolution de la résistance électrique de l'échantillon 8), il en est de même de la force maximum de décohesion. Ceci justifierait le coefficient d'adhésion de 0,8 mentionné parfois dans la littérature et que nous avons retrouvé pour des décharges succédant immédiatement à la fin de la compression (courbe 6 relative à l'échantillon 18) - mais n'a guère de signification intrinsèque, compte tenu en particulier des causes purement géométriques de fragilisation en traction. Nous avons surtout montré que sur un même échantillon d'aluminium pré rompu sous vide, une baisse d'un essai à l'autre de la contrainte de compression donc de la déformation plastique macroscopique *conserve l'aptitude intrinsèque à l'adhésion*, puis qu'après stabilisation de l'aire géométrique de contact par quelques compressions on pouvait obtenir des coefficients d'adhésion supérieurs à 1 par adoption de niveaux de compression décroissants (courbe 6 par exemple). Inversement, une recristallisation comme celle réalisée en 31-3, qui ne peut logiquement qu'accroître les possibilités d'adhésion, donne lieu à un coefficient d'adhésion moins élevé qu'aux essais voisins à température ambiante du fait de la restauration de la résistance du métal précédemment durci (cf 31.4 en g).

L'influence du facteur temps sous compression semble négligeable entre 1mn et 2 jours pour les échantillons très purs (99,999) dont les surfaces d'adhésion sont recomprimées après rupture initiale sans oxydation préalable, du moins pour des niveaux de compression suffisants (moitié de la résistance en traction). C'est le cas des échantillons 21, 25, 29. Pour l'échantillon 31, par exemple, de même pureté mais dont les surfaces d'adhésion ont été quelques peu oxydées pendant 2 heures à l'atmosphère après rupture initiale sous vide, la force de décohesion est beaucoup plus faible lorsque la décharge suit immédiatement la compression que lorsque l'échantillon reste comprimé une dizaine d'heures. Le jeu complexe du fluage et de la relaxation des contraintes (baisse de 10% en 10 heures de la force appliquée) due à l'élasticité de l'anneau dynamométrique jouerait donc un certain rôle dans l'adhésion proprement dite de surfaces contaminées ou dans la fragilité du joint fermé.

Pour les échantillons de métal moins pur, le facteur "temps sous charge" prend une influence croissante à mesure que baisse le niveau moyen de compression.

Aux fortes compressions, correspondant globalement à des forces supérieures ou voisines de la résistance en traction (l'évaluation des contraintes est plus délicate), les essais 6.2 et 6.3 ou 18.1 et 18.2 montrent que les forces de décohesion obtenues après décharge immédiate ou maintien sous compression quelques dizaines d'heures ne sont pas significativement différentes.

Aux compressions globales de l'ordre ou inférieures à la résistance initiale en traction, la force de décohesion est d'autant plus sensible au temps sous compression que celle-ci est plus faible. Dans tous les cas toutefois, le paramètre n'a plus guère d'influence au-delà d'une quinzaine d'heures. Pour l'échantillon 8 par exemple, (résistance à rupture initiale 900 kgf), la force maximum de décohesion après compression sous 300 kgf passe de 230 à 250 kgf suivant que la compression a duré 5mm ou s'est prolongée une quinzaine d'heures. Entre ces mêmes temps sous charge, la force de décohesion varie de 30% après une compression sous 200 kgf, de plus de 40% après une compression sous 100 kgf. De même pour l'échantillon 18 (résistance initiale 500 kgf), suivant que la décharge est immédiate ou effectuée après une vingtaine d'heures sous charge la force de décohesion varie, de quelques pour cents après compression sous 330 kgf (essais 11 et 12), 7% après compression sous 230 kgf (3 et 4) 25% après compression sous 120 kgf (5 et 6), plus de 50% après compression sous 80kgf (13 et 14). Il semble que l'influence sur la force de décohesion se situe principalement dans les 2 ou 3 premières heures sous charge.

g) Influence de la température.

Il est certain qu'une activation thermique ne peut que faciliter l'adhésion, mais comme nous l'avons déjà mentionné, nous n'avons pas cherché à étudier systématiquement ce paramètre du fait des complications qu'il introduit (diffusion massique, polygonisation, mobilité anisotrope des joints de grain de l'interface durant la recristallisation, difficultés pratiques de contrôle de la température de l'échantillon).

Pour l'échantillon 30, en métal très pur, les demi-échantillons non collés ont été soumis à une remise à l'atmosphère momentanée de 2 heures après rupture initiale. Lors du second étuvage sous vide (une quinzaine d'heures à 300°C) la pression atmosphérique s'exerçant sur les soufflets d'étanchéité a soumis l'échantillon à une compression voisine de 15 kgf. Néanmoins, cette compression infime à une température supérieure à celle de recristallisation a donné lieu, après refroidissement à température ambiante, à une force maximum de décohesion de 75 kgf (correspondant à la résistance propre du métal recuit sur l'aire de contact apparente estimée); l'allongement total jusqu'à rupture sous contrainte nulle était supérieur à celui obtenu sans traitement thermique et pour de plus fortes compressions sur des échantillons identi-

ques (1,6mm contre 1,4mm en 29-1 par exemple). Après avoir enregistré le niveau d'adhésion assez faible et l'absence de ductilité du 2^{ème} essai (à température ambiante), nous avons lentement porté (à l'aide des fils chauffants) les demi-échantillons, comprimés de nouveau par la seule pression atmosphérique s'exerçant sur les soufflets, jusqu'à 250°C en 6 heures. Après refroidissement à température ambiante la contraction de l'échantillon correspondant à la phase précédente était de 0,06mm et la force maximum de décohésion seulement moitié de celle obtenue au 1^{er} essai. La ductilité retrouvée (allongement de 0,4mm au moment de la séparation sous contrainte nulle) montre que l'influence des contaminants à l'interface ne cède qu'en certaines zones isolées dont le recuit du métal facilite les strictions simultanées.

D'ailleurs une forte compression à l'essai 4 (température ambiante) n'a pas donné lieu à une force de décohésion bien supérieure à celle de l'essai précédent et a de nouveau complètement compromis la ductilité du joint. Aussi, en 30-5, après compression comme en 30-2 et 30-4 sous une force voisine de la moitié de la résistance initiale en traction mais maintenue 25 heures (contraction assez faible du fait du durcissement interfacial) nous avons fait suivre la décharge d'une recristallisation sous haut vide (1.10^{-8}) de 5 heures à plus de 250°C des demi-échantillons légèrement comprimés comme en 30.1 et 30.3. Après ouverture de l'enceinte, la section apparente d'adhésion de l'échantillon de diamètre 6,6mm présentait une fissure très fine sur une demi-périphérie (fragilisation géométrique importante en traction) confirmée par la coupe longitudinale de la zone interfaciale commentée en d α) (planche XX). La taille du grain après les différents essais était très inhomogène : assez petite près du joint d'adhésion (fortes déformations avant recristallisation) très allongée dans les parties coniques (texture de déformation) très grosse (jusqu'à 3mm) dans les parties cylindriques et moyenne (0,3mm) sur les têtes d'échantillons (taille initiale). Tous les essais pour obtenir des lames minces de coupes longitudinales de la zone d'adhésion ont échoué du fait de l'attaque chimique ou électrolytique préférentielle de la partie intéressante à partir des quelques microcavités distribuées le long de l'interface. Entre ces cavités allongées sur 100 à 200 microns sans direction particulière les zones d'adhésion riveraines semblent parfaitement saines au grossissement 1000 du microscope.

Pour l'échantillon 31, identique au précédent, il n'y a pas eu de contamination à l'atmosphère et nous avons obtenu aux 2 premiers essais une adhésion comparable à la résistance du métal écroui. Aussi après une compression identique à celle des essais précédents, nous avons fait suivre la décharge de l'essai 3 d'un chauffage de l'échantillon identique à celui de 30,5. La force maximum de décohésion

inférieure à celle des essais précédents du fait du recuit du métal, (75kgf contre 120 kgf) a été suivi d'un allongement plus important jusqu'à séparation sous contrainte nulle qui confirme la perfection de la jonction compte tenu de sa géométrie. La recristallisation opérée en 31-4 a conduit à une déformation importante à la compression de 31-5 (2mm contre 1,40mm au 1er essai). Une seconde recristallisation de 5 heures à 250°C après décharge de l'échantillon n'a plus permis d'observer sur les 5mm de diamètre de la section d'adhésion coupée longitudinalement la moindre cavité au grossissement 1000 du microscope. Sur les parties cylindriques les très gros grains, fortement déchaussés, présentaient des lignes de glissements multiples très apparentes (planche III).

h) Quelques remarques sur les mesures électriques.

Après rupture initiale et stabilisation de l'aire interfaciale par une compression assez forte au 1er essai, la courbe relative à la variation de la résistance électrique interfaciale en fonction de la force de compression au cours d'un essai (courbe 7) a l'allure de celles obtenues sur les échantillons de cuivre usinés en 3 parties (cf B). Après quelques essais la décroissance initiale de la courbe est plus rapide. La décharge ne donne lieu à aucune variation sensible de la résistance, même après une oxydation initiale à l'atmosphère de l'échantillon (échantillon 7 de la courbe 7). La résistance électrique interfaciale croît régulièrement aux derniers stades de la traction de décohésion et permet ainsi d'apprécier la ductilité des jonctions d'adhésion.

Au cours d'une série d'essais, la résistance électrique sous la compression maximum d'un essai varie approximativement comme l'inverse de cette dernière pour des charges moyennes (courbe 5). Toutefois, l'évolution du profil des surfaces d'adhésion sous l'effet des compressions et des arrachements de décohésions intermédiaires exclut une relation bijective entre l'aire effective d'interaction et la force de compression des demi-échantillons.

Si l'on a soin de faire varier progressivement le niveau de compression au cours d'une série d'essais, la résistance électrique minimum par essai, liée directement à l'aire d'adhésion, varie linéairement avec la force de décohésion correspondante (courbe 8), quel que soit le temps sous charge (cf courbe 6) ou l'exposition des surfaces d'adhésion aux gaz résiduels de l'enceinte (essai 18.9). Si on adopte au cours de la série une compression nettement plus forte (essai 18.10), la sensibilité du paramètre "résistance électrique interfaciale" pour tester l'adhésion s'en

trouve réduite (déformation massique, consolidation) mais la relation adhésion-aire de contact électrique reste linéaire (courbe 8). Sur la courbe 9, la chimisorption qui a précédé 8.26 et la déformation plastique importante de 8.25 expliquent l'islement du point représentatif de l'essai 26.

2) Echantillons de cuivre.

a) Rupture initiale-influence de la forme de l'entaille.

L'étuvage d'une quinzaine à une vingtaine d'heures à 300° ou 400°C représente des conditions de recuit moins prononcées pour le cuivre. Pour les échantillons 4 et 5 entaillés comme 6 et 7 (jusqu'à une section minimum de 50mm²) étuvés une vingtaine d'heures à 400°C la rupture vers 1200 kgf a été précédée de quelques minutes de fluage sous la force maximum de traction de 1400 kgf.

Pour les échantillons 9, 10 et 19, de type (b) avec un étranglement progressif du diamètre de 15 à 8mm, la rupture s'est produite vers 600-700 kgf après une trentaine de minutes de traction régulière et passage par une force maximum de l'ordre de 1300 kgf.

Pour les échantillons 22 et 23, de type (c) avec un étranglement progressif du diamètre de 12 à 8mm la rupture initiale a eu lieu en une trentaine de minutes vers 900 kgf pour un allongement total de l'ordre de 7mm succédant à une force maximum de traction de 1350 kgf. La grande pureté de 22 (99,999) ne donne guère lieu à une ductilité supérieure à celle de 23 (99,9). *Le facteur géométrique d'entaille semble avoir une plus grande importance que pour l'aluminium.* On n'observe guère d'influence de la pureté du métal sur la rupture initiale des échantillons 26 (99,9) et 28 (99,999) de type (c) avec un étranglement progressif de 12 à 9mm : force de traction maximum ~1700 kgf (allongement partiel ~ 7mm), rupture vers 900 kgf après un allongement total de 9,5mm.

Pour contrôler l'effet de l'entaille périphérique et accroître la déformation à rupture (donc la texture de déformation) nous avons réalisé les échantillons de type (d) : 36, 40 et 42, en métal très pur, présentant une partie cylindrique de 34mm légèrement entaillée en son milieu. Pour l'échantillon 40, par exemple, dont la partie cylindrique (Ø 8mm) est entaillée jusqu'à 7mm de diamètre, la rupture s'est produite en 45mm sous 600 kgf après un allongement de 11,72mm (35%) et une force maximum de traction de 1015 kgf. Rapportée à la section initiale minimum la résistance à rupture de nos échantillons recuits est donc toujours voisine de 27 kgf/mm².

b) Etude comparative de l'adhésion obtenue au 1er essai.

L'échantillon 4, une dizaine de mm après rupture ($3 \cdot 10^{-10}$ torr) a été comprimé en plusieurs paliers jusqu'à 1200 kgf, maintenu une quinzaine d'heures sous cette charge, puis testé en traction à très faible vitesse de déformation (3 heures). Il s'est rompu sous la force maximum de 420 kgf. La résistance électrique entre têtes de l'échantillon juste avant rupture était voisine de celle sous 1100 kgf de compression. L'échantillon 5, identique, a été soumis au 1er essai à des conditions voisines de 4-1. Il s'est rompu sous la force maximum de décohésion de 550 kgf et la remontée de la résistance électrique avant décohésion était aussi faible qu'en 4-1 ($0,3 \mu\Omega$). On peut penser que le niveau de compression n'a rétabli que partiellement l'aire de contact.

Pour une compression par paliers jusqu'à une force très légèrement supérieure à la résistance initiale en traction et une décharge par paliers après une vingtaine d'heures sous charge, les échantillons identiques 9 et 10 ont donné lieu à la même force de décohésion maximum : 1210 kgf, très voisine de la résistance initiale. La séparation s'est produite après décroissance de la force de traction jusque vers 1000 kgf. Pour l'échantillon 9 par exemple, la résistance électrique décroît de $8,93$ à $8,58 \mu\Omega$ pendant la phase de fluage sous compression maximum et elle n'est remontée qu'à $8,96 \mu\Omega$ sous 1200 kgf de traction. Parallèlement, la résistance évolue de $6,79$ à $7,60 \mu\Omega$ pour une traction équivalente (avant striction) lors de la rupture initiale; comme la ductilité après adhésion est faible, on peut penser que l'aire initialement prévue au niveau de l'entaille a été rétablie par la 1ère compression et que la décohésion s'est produite d'un bloc sur cette aire.

Les échantillons 22 et 23 identiques (à la pureté près) et rompus dans les mêmes conditions ont été également comprimés d'une manière voisine : compression en 20mm jusqu'à 1350 kgf (résistance à la rupture initiale) correspondant à une contraction de 2,5-3mm puis décharge immédiate à la même vitesse. L'échantillon 22 a été aussitôt sorti de l'enceinte : une coupe longitudinale a montré une adhésion saine sur 6,25mm de diamètre. L'échantillon 23, de son côté a été testé en traction aussitôt après décharge : la force maximum de décohésion : 1080 kgf atteinte en une quinzaine de minutes correspondait à un allongement de 0,75mm. Elle a été suivie 1mn après, d'un allongement de 0,50mm avant rupture sous 950 kgf. Si on attribue à cet échantillon après compression l'aire trouvée en 22-1 ($\sim 30 \text{ mm}^2$) on trouve une contrainte moyenne de décohésion de 35 kgf/mm^2 qui traduit une adhésion parfaite de la zone interfaciale durcie (résistance moyenne lors de la rupture initiale 27 kgf/mm^2).

Les échantillons 26 (99,9) et 28 (99,999 à grains plus fins ($< 0,1\text{mm}$)) géométriquement identiques et soumis aux mêmes conditions expérimentales ont donné lieu à des résultats de décohésion très voisins. Pour l'échantillon 28, par exemple, (après 6mm d'exposition des surfaces d'adhésion sous 10^{-8} torr) la compression a été effectuée en 7mm jusqu'à une force de 870 kgf équivalente à la moitié de la résistance initiale en rupture. Après décharge immédiate la rupture s'est produite après 10mm de traction et un allongement de 0,25mm (bien inférieur à la contraction en compression) pour une force maximum de décohésion de 700 kgf. On peut grossièrement attribuer à cet essai l'aire de contact apparente de 17mm^2 (planche III) mesurée après décharge et ouverture de l'enceinte à l'essai suivant, où une compression identique mais prolongée a exactement rattrapé l'allongement de 0,25mm. On trouverait ainsi une résistance globale moyenne à la décohésion de l'ordre de 42 kgf/mm^2 . Pour l'échantillon 26, moins pur et à grain plus gros ($\approx 0,3\text{mm}$) la force de décohésion de 720 kgf rapportée à l'aire apparente de 21mm^2 mesurée à l'essai suivant sans rupture conduirait à une résistance moyenne de décohésion voisine de 35 kgf/mm^2 , qui est celle précisément trouvée sur les échantillons 22 et 23 de même pureté. L'examen métallographique des coupes longitudinales de la zone interfaciale des échantillons 26 et 28 (planches XVII, XVIII, XIX) a d'abord révélé un grand nombre de cavités disséminées le long de l'interface ou dans son voisinage, cette porosité étant d'ailleurs accentuée par l'attaque électrolytique. Les cavités peuvent atteindre le dixième de mm à l'interface de l'échantillon 26 et sont généralement plus fines (quelques dizaines de microns) et concentrées en chapelets le long du joint de l'échantillon 28 à grains plus fins. On peut constater que l'interface d'adhésion a une surface très irrégulière (vague rappel de la rupture initiale en "cône et cratère"), dont l'aire est beaucoup plus grande que l'aire apparente entre les têtes diamétrales de la fissure périphérique. La non planéité et les irrégularités de l'interface font sans doute en partie obstacle à la propagation des fissures périphériques qui constituent au même titre que les cavités de sérieuses sources de concentrations locales des contraintes. On a ensuite révélé les grains (HCl dilué + quelques cristaux de Ni Cl_2) sur les coupes longitudinales des 2 échantillons. La texture fibreuse développée pendant la striction de la rupture initiale est encore nettement perceptible. Les grains des 2 demi-échantillons, allongés le plus souvent dans la direction de l'axe de l'échantillon, semblent par endroit s'être imbriqués les uns dans les autres, les microcavités compensant les difficultés d'ajustement (près des grains plus gros en particulier). Par endroits également (notamment près des bords de la section) les grains semblent s'être couchés sur l'interface (planche XVII). La porosité de la zone interfaciale -en dehors de celle de l'interface proprement dit- provient de la phase de rupture initiale et certains pores sont restés allongés après compression dans la direction de la traction. Sur l'interface, les grains ont parfois une taille beaucoup plus petite : la fragmentation amorcée pendant la rupture de certains grains superficiels en sous-

grains de désorientation croissante nécessite en effet des contraintes locales élevées susceptibles d'être développées par la compression des aspérités granulaires.

Dans un dernier temps nous avons cherché après polissage électrolytique à réaliser des figures de corrosion sur les coupes longitudinales. Malgré l'essai de nombreux réactifs nous n'avons pu obtenir du fait de la forte densité de dislocations des clichés aussi nets que pour l'aluminium (planche XVIII et XIX en particulier). Nous avons pu néanmoins observer dans certains grains très déformés en contact avec l'interface une sous-structure constituée de cellules d'une dizaine de microns. Les figures de corrosion ont également pu mettre en évidence à côté des joints, des parois assez rectilignes de dislocations qui finissent par aboutir normalement à l'interface et qui sont sans doute des sous-joints.

Les échantillons 36, 40, 42 de forme géométrique voisine, proviennent du même barreau de cuivre pur et ont été soumis à un étuvage de même durée à 300°C. A fin de comparaison il n'a été effectué sur chacun d'eux après rupture qu'une seule compression à même vitesse de déformation (de l'ordre de $3 \cdot 10^{-3}$ /mn) et une décharge immédiate, avant ouverture de l'enceinte pour examen métallographique. Pour 36 et 40 la compression a suivi de quelques minutes sous quelques 10^{-9} torr la rupture initiale. L'échantillon 42, de son côté, a eu ses surfaces d'adhésion, chauffées environ 1 heure à plus de 200°C, maintenues séparées sous haut vide (meilleur que $7 \cdot 10^{-8}$ torr) pendant une quinzaine d'heures. Le tableau suivant résume les conditions de déformation de l'unique essai.

Echantillon	36	40	42
Résistance à la rupture initiale (kgf)	978	1015	1394
Allongement total à la rupture (mm)	12,40	11,72	9,50
Force maximum de compression (kgf)	475	750	700
Contraction sous cette force de compression (mm)	0,65	0,95	1,13
Aire apparente d'adhésion (mm ²)	9,2	12,3	15,5

On voit que le léger traitement thermique après rupture de 42 a accru notablement l'aptitude à la déformation interfaciale. Les photos des planches IV et V montrent l'aspect des échantillons 36 et 40 après adhésion.

Les planches XXII et XXIII reproduisent quelques unes des nombreuses observations métallographiques effectuées sur des coupes longitudinales des échantillons 36, 40 et 42. On retrouve sur les échantillons 36 et 40 l'allongement des grains dans la direction de traction (texture de déformation lors de la rupture initiale) et le tracé très irrégulier de l'interface d'adhésion. La rupture initiale semble avoir presque détaché certains grains à l'interface et les contraintes très hétérogènes de la compression interfaciale auraient achevé la fragmentation en grains très fins particulièrement facile à observer sur des portions de surfaces d'adhésion. Les clichés de microdureté Vickers (charge 10g) montrent les importants gradients de consolidation du métal au voisinage de l'interface. Les figures de corrosion dessinent une bande de 5 à 10 μ , riche en dislocations, entourant la surface d'adhésion. Par ailleurs ces figures s'alignent systématiquement en longues bandes qui aboutissent à peu près normalement à l'interface. Pour l'échantillon 42 (planche XXIII), le traitement thermique après rupture a provoqué une recristallisation partielle de la zone interfaciale qui a réduit fortement l'aspect allongé des grains et sans doute la texture initiale. La porosité de cette zone interfaciale est plus forte que celle des échantillons 36 et 40. Par ailleurs les cavités distribuées le long de l'interface sont plus nombreuses et plus grosses (jusqu'à 0,1mm) que celles de 36 et 40. Sans doute cette porosité interfaciale accrue est-elle à lier à l'adsorption et au traitement thermique avant compression. Les cavités et les grains qui les bordent n'ont pas de forme précise; parfois la taille de ces grains peut descendre jusqu'à une dizaine de μ .

c) Evolution de l'adhésion d'un même échantillon au cours d'essais successifs.

Cette évolution est plus difficile à analyser que pour l'aluminium et semble dépendre davantage du facteur temps sous charge et des distributions de contraintes antérieures au niveau des aspérités des surfaces d'adhésion.

Pour l'échantillon 50 on peut schématiser ainsi une séquence d'essais.

Essais	1	2	3	4	5	6	8
Compression max. (kgf)	1250	1250	1250	1250	1000	1500	1500
Temps sous charge (h)	une vingtaine d'heures					12 j.	6 j.
Force de décohéson kgf	550	410	260	280	170	660	360
$\Delta R_f (\mu\Omega)$	0,04	0,06	0,08	0,04	0,03	0,18	0,21
$\Delta R_t (\mu\Omega)$	0,30	0,42	0,50	0,46	0,42	0,32	0,36

On a désigné par ΔR_f la variation de résistance électrique interfaciale durant le fluage sous compression maximum et ΔR_t la différence de valeurs relevées après fluage sous compression maximum et avant la rupture (variation pendant la décharge-traction).

L'aire apparente de contact est stabilisée dès les 1er essais par les fortes compressions. Il est peu vraisemblable que les 2 ou 3 minutes sous quelques 10^{-10} torr qui séparent la rupture d'un essai de la compression du suivant aient eu une quelconque incidence sur les résultats. La part du fluage superficiel, difficilement évaluable avec précision, serait prépondérante.

Des essais répétés ont également été effectués sur les échantillons 9, 10, 19 identiques et issus du même barreau (99,9% de pureté). Pour les échantillons 9 et 10, par exemple, on a adopté des essais 4 à 10 (après stabilisation de l'aire apparente de contact par les plus fortes compressions des essais précédents) une compression identique de 500 kgf. Le schéma des résultats est le suivant :

Echantillon 9 essais	4	5	6	7	8	9	10
Temps sous charge	15 h	quelques mn	3 h	15 h	quelques mn	20 h	1 h
Force de décohésion (kgf)	190	155	120	340	150	160	100
ΔR_f à $0,05\mu\Omega$ près	0,3	0	0,4	0,4	0	0,4	0
ΔR_t	0,4	0,4	1,4	0,4	0,6	0,3	0,4

Echantillon 10 essais	4	5	6	7	8	9	10
Temps sous charge	85h	quelques mn	1 h	15 h	quelques mn	20 h	1 h
Force de décohésion (kgf)	320	270	200	200	110	200	100
ΔR_f	0,13	~ 0	0,14	0,06	~ 0	<0,1	0,1
ΔR_t	0,02	0,18	0,21	0,16	0,9	0,3	0,6

Ces 2 tableaux montrent qu'il est difficile de prendre en considération les résultats d'un essai isolé. On ne peut pas conclure qu'il y a dégradation constante des aptitudes à l'adhésion ou accroissement de la fragilité interfaciale au fur et à mesure des essais. En 9-13, par exemple, nous avons enregistré une force de décohesion de 150 kgf pour une compression de 150 kgf maintenue une vingtaine d'heures. On peut penser que la dispersion des résultats provient de la probabilité de coïncidence à l'échelle microscopique des proéminences sur chacune des surfaces d'adhésion (déchaussements de joints, bandes ou lignes individuelles de glissement, marches produites par l'arrivée de dislocations à l'interface ...) On observe tout de même un fait général : même si la relation niveau d'adhésion-temps sous charge n'est pas univoque pour un niveau de compression ou de déformation donné, une diminution ou un accroissement de la valeur de ce paramètre d'un essai au suivant entraîne systématiquement une variation dans le même sens de la force de décohesion.

Nous avons donc cherché à encadrer le niveau d'adhésion pour un niveau de compression donné en effectuant systématiquement dans les mêmes conditions sur l'échantillon 19, un essai correspondant à une vingtaine d'heures sous compression (a), et un essai correspondant à une décharge immédiate (b) :

Essai	1	2	3	4	5	6	7	8
	a	b	a	b	a	b	a	b
niveau de compression	700 kgf		500 kgf		300 kgf		500 kgf	
force de décohesion kgf	600	480	210	175	110	50	285	160
$\Delta R_f \mu\Omega$	0,25	~ 0	0,25	~ 0	0,13	~ 0	0,15	~ 0
$\Delta R \mu\Omega$	1,2	0,4	0,30	0,50	0,35	1,2	0,2	0,8

Il semblerait que, d'une part (comme pour l'aluminium) en valeur relative le niveau de la force de décohesion soit d'autant plus sensible au facteur temps sous charge que le niveau de compression est plus bas, mais que d'autre part cette sensibilité soit plus grande après de nombreux essais répétés. On peut penser que les marches de glissement développées sur les surfaces d'adhésion au cours des déformations globales successives et du fluage contrôlent les zones d'interaction des 2 surfaces.

Les conclusions précédentes ont été confirmées pour l'échantillon 23. Après la forte compression et la forte adhésion du 1er essai, tous les essais correspondent à une compression sous 700 kgf (moitié de la résistance initiale en rupture) appliquée à la même vitesse (5 minutes) après 2 ou 3 minutes d'exposition des surfaces d'adhésion sous 10^{-9} torr. La décharge a été réalisée soit immédiatement (b) soit une vingtaine d'heures après compression maximum (a).

Echantillon 23 essai	2	3	4	5	6
	a	b	a	b	a
contraction sous compression max. (mm)	0,45	0,12	0,12	0,10	0,10
force de décohesion (kgf)	285	215	260	155	275
allongement à rupture (mm)	0,35	0,18	0,20	0,15	0,10

Ainsi la force de décohesion trouvée après une vingtaine d'heures sous charge semble moins sensible aux essais l'ayant précédé qu'un essai avec décharge immédiate. Ceci se confirme d'ailleurs sur d'autres séquences. Comme le retrait élastique global calculé de l'échantillon est voisin de 0,10mm, on voit que la ductilité globale, initialement très faible, devient quasiment nulle au cours des essais. Toutefois, après la 15ème décohesion sur ce même échantillon 23, nous avons réalisé plusieurs répliques de la surface d'adhésion que nous avons examiné au microscope électronique (planche XIII et XIV). En de nombreux points de la surface d'adhésion la rupture est de type transgranulaire ductile avec l'aspect classique de cupules de taille inférieure au micron, initiées souvent sur des impuretés (massiques ou adsorbées). Les cupules des zones de faciès ductile sont sensiblement équiaxes (non allongées) ce qui laisse supposer que la décohesion s'est effectuée normalement à la direction de traction; leur taille variable le long de l'interface indique des différences de consolidation du métal. Entre 2 zones de rupture transgranulaire à faciès ductile, on observe parfois une portion microscopique de surface plus plane, à faciès strié, de la dimension du grain, qui est sans doute la trace d'une rupture intergranulaire. Enfin, sur d'autres zones qui avoisinent encore des cupules ductiles, on peut voir de très fines intrusions et extrusions de forme ovale qui correspondent à la compression de cupules développées lors de décohésions antérieures; parfois l'aspect de ces intrusions et extrusions rappelle plutôt les faciès de rupture de fatigue.

On ne peut donc invoquer la déformation en rupture pour justifier d'une influence à l'essai suivant qu'à l'échelle microscopique. Pareillement, la déformation globale en compression n'est pas directement liée à la force de décohesion trouvée parce que la répartition et la densité des irrégularités microscopiques de la surface effective d'adhésion évoluent constamment au cours d'une série d'essais. Même si une même compression est adoptée au cours de cette dernière, les zones présentant une rupture ductile transgranulaire à un essai peuvent fort bien donner lieu à une rupture fragile à l'essai suivant, tandis que l'adhésion peut transformer un faciès de rupture intergranulaire en une surface présentant des cupules. L'interface n'a pas une position fixe à l'échelle microscopique et on peut très bien imaginer une rupture des grains interfaciaux et un transfert de grains entre les demi-échantillons au cours d'une série d'essais.

Vu l'aspect des microfractographies la décohésion ne peut se produire brusquement par rupture simultanée de toutes les liaisons élémentaires : une machine de traction moins rapide et plus sensible permettrait peut être de mettre en évidence les décrochements caractéristiques de décohésions partielles de type fragile. Celles-ci expliqueraient la dispersion des résultats globaux. La grande ductilité macroscopique de l'aluminium pur, même après de nombreux essais, évite précisément ces décohésions partielles.

d) Influence de la contamination des surfaces d'adhésion.

α) Films chimisorbés.

En 9-17 et 10-18 la compression a été précédée d'une entrée d'air laminée dans l'enceinte (pompe ionique en fonctionnement) et d'une exposition d'une quinzaine de minutes sous 10^{-4} torr des surfaces d'adhésion séparées. On peut juger de l'influence de l'adsorption sur les surfaces d'adhésion d'oxygène et de vapeur d'eau -pressions partielles $\leq 10^{-5}$ torr du fait du pompage ionique préférentiel- à l'aide des résultats schématiques suivants :

Echantillon 9	essai	16	17	18	19	
Niveau de compression kgf		150	150	300	500	
Temps sous charge h		24	24	48	24	
Force de décohesion kgf		100	30	40	65	
$\Delta R_f \mu\Omega$		0,40	0,30	0,13	0,19	
$\Delta R_t \mu\Omega$		0,90	0,20	0,36	0,22	
Echantillon 10	essai	17	18	19	20	21
Niveau de compression		200	200	300	500	200 après 10 cycles 0/100/0
Temps sous charge		24	24	24	96	24
Force de décohesion		120	~0	~0	<5	12

La fragilisation du joint interfacial par le film chimisorbé est manifeste. Elle se prolonge sur les essais ultérieurs malgré les compressions plus importantes qui y ont été adoptées. Par comparaison, l'aluminium rompu est sensible à une oxydation à l'atmosphère mais l'effet s'atténue au cours des compressions ultérieures.

La forme très irrégulière des surfaces rompues donne lieu cependant lors de la compression à d'importants cisaillements qui ne doivent pas manquer d'arracher et de disperser les films adsorbés.

L'oxydation des faces latérales de l'échantillon, les surfaces d'adhésion restant comprimées l'une contre l'autre, ne semble pas affecter le niveau de la force de décohésion.

B) Films physisorbés dans l'enceinte.

Leurs effets sur le niveau de la force de décohésion sont beaucoup moins importants que ceux d'une chimisorption, mais plus marqués que pour l'aluminium.

Nous avons déjà vu qu'une exposition de 10mm sous $2 \cdot 10^{-9}$ torr après la rupture initiale de l'échantillon 23 n'avait pas empêché une adhésion complète après la compression et la déformation importantes (contraction 3,1mm) du 1er essai. Même après la 15ème décohésion les microfractographies révèlent des zones étendues de l'interface où la rupture a le faciès ductile transgranulaire.

Après stabilisation de l'aire interfaciale de l'échantillon 19 l'influence d'une exposition de 25 heures des surfaces d'adhésion sous le vide de $3 \cdot 10^{-9}$ torr de l'enceinte à l'essai 9 apparaît dans le tableau suivant (où a correspond toujours à une vingtaine d'heures sous charge, et b à une décharge immédiate).

Essai	7	8	9	10	11	12
Niveau de compression	500.a	500.b	500.a	500.b	700.a	700.b
Force de décohésion	285	160	145	60	260	145

Si on distingue un peu arbitrairement une adhésion immédiate et une adhésion additionnelle contrôlée par le fluage superficiel on voit que la première semble à priori plus affectée que la seconde. Il faut bien répéter toutefois que la force de décohésion caractérise autant le mode de rupture que l'adhésion effective obtenue en fin de compression. On peut imaginer que le film superficiel est plus ou moins localement désorbé aux contacts élémentaires d'adhésion : il y aurait rupture, fragile ou ductile selon la consolidation locale du métal, par propagation de fissures au niveau des inclusions introduites par le film (concentration des contraintes, énergie superficielle plus faible).

Dans cette hypothèse, il faudrait un important fluage superficiel aux essais suivants pour éliminer l'influence fragilisante des inclusions d'adsorption par création de nouvelles zones élémentaires d'interaction. C'est ce que semblent confirmer les essais sous forte compression et long temps sous charge succédant à l'exposition de 10^{-5} torr-seconde de 5-9, et les essais sous la faible compression de 150 kgf encadrant l'exposition de 10^{-3} torr-seconde de 9-15 :

Echantillon 5	essai	9	10	11	12
Force de compression		1500	1500	1700	500
Temps sous charge		4,5j.	12 h.	2,5 j.	3 j.
Force de décohesion		250	180	250	140
Echantillon 9	essai	13	14	15	16
Temps sous 150 kgf		20 h.	qq mn	20 h.	20 h.
Force de décohesion		150	80	90	100

Rappelons enfin que pour l'échantillon 42 une exposition de 10^{-3} torr-seconde des surfaces d'adhésion, portées notamment pendant environ 1 heure à plus de 200°C, a précédé la compression et la décharge immédiate (cf b). L'examen métallographique d'une coupe longitudinale de la zone d'adhésion (planche XXIII) a révélé des cavités interfaciales plus nombreuses et plus grosses que sur les échantillons homologues 36 et 40.

c) Influence du temps sous charge.

Nous avons déjà évoqué l'influence de ce paramètre sur le fluage superficiel aux paragraphes précédents (c) , notamment en présentant certaines séquences d'essais schématisés.

Nous avons vu sur les échantillons 36, 40 et 42 qu'une compression sous une force moitié de la résistance initiale à rupture suivie d'une décharge immédiate donnait lieu à une adhésion saine, même après une certaine physisorption interfaciale. Ceci ne préjuge en rien de la fragilité à la décohesion, mais les déformations globales en compression importantes (de l'ordre du mm) qui suivent la rupture initiale laissent présager une force de décohesion notable. C'est ce que confirme le 1er essai de l'échantillon 26 ou 28 pour lesquels une compression jusque vers la

moitié de la résistance en rupture (contraction 0,45mm et 1,8mm), suivie d'une décharge immédiate, a donné lieu à une force de décohésion équivalente à la résistance propre du métal écroui. Donc, tant que l'aire interfaciale n'est pas stabilisée, l'adhésion semble s'établir instantanément sur une aire apparente qui dépend surtout du niveau de compression. (L'aire effective d'adhésion, beaucoup plus importante et irrégulière, dépend essentiellement du profil de rupture).

Il n'en va plus de même lorsque, après quelques essais, les aptitudes globales à la déformation très faibles stabilisent l'aire interfaciale :

- Si le niveau de compression est brusquement accru d'un essai à l'autre, on se retrouve un peu dans le cas précédent. Toutefois, le fluage des surfaces d'adhésion joue un rôle important au bout d'un temps sous charge suffisamment long (quelques jours). Ainsi en 5-6 une compression une fois et demie plus forte qu'en 5-5 et de l'ordre de la résistance initiale à rupture, maintenue une quinzaine de jours, a donné lieu à la force de décohésion nettement la plus élevée enregistrée sur cet échantillon.

- Si le niveau de compression est maintenu ou abaissé pendant une séquence d'essais le facteur temps sous charge joue un rôle important qu'il est cependant difficile d'apprécier exactement, (dispersion résultant de la fragilité et du durcissement grandissants). On peut en exemple schématiser 2 séries d'essais : l'échantillon 23 a été soumis à la même compression de 700 kgf (moitié de la résistance initiale à rupture) maintenue alternativement une vingtaine d'heures (a), ou déchargée aussitôt (b), tandis que l'échantillon 19 correspondait à des niveaux de compressions et à des temps sous charge, comparables à ceux de 23 mais variables au cours des essais.

Echantillon 23	essai	2	3	4	5	6	
Contraction sous 700kgf (mm)		0,45(a)	0,12(b)	0,12(a)	0,10(b)	0,10(a)	
Force de décohésion (kgf)		285	215	260	155	275	
Allongement à rupture (mm)		0,35	0,18	0,20	0,18	0,10	
Echantillon 19	essai	3	4	5	6	7	8
Force de compression		500	500	300	300	500	500
Temps sous charge (h)		30	0(b)	70	0(b)	25	0(b)
$\Delta R_{F\mu\Omega}$		0,25	~0	0,13	~0	0,15	~0
Force de décohésion		210	175	110	50	285	160

On perçoit bien sur ce dernier échantillon en 4-5 et 6-7 l'importance d'une déformation plastique additionnelle. On conçoit cependant, en particulier à partir de la séquence proposée pour l'échantillon 23, qu'il soit difficile d'établir une relation quantitative entre l'accroissement de la force de décohésion et le temps sous charge.

f) Remarques sur les mesures électriques.

Les considérations précédentes justifient les remarques que nous avons déjà formulées à propos des mesures électriques dans une précédente publication [35]. Pour une série d'essais, les résistances électriques interfaciales d'un même échantillon de cuivre sous la compression maximum d'un essai ne semblent décroître régulièrement avec le niveau de celle-ci que pour des contraintes normales inférieures à la limite élastique. Contrairement, aux résultats sur l'aluminium, elles ne semblent pas reliées aux forces de décohésion. De même, la résistance électrique avant décharge (après fluage sous compression maximum) ne présente guère plus de corrélation avec la force de décohésion (courbe 10). Dans la mesure où la résistance électrique interfaciale reproduit l'évolution de l'aire des zones élémentaires où peut s'établir la liaison métallique (ce qui n'est pas certain du fait de l'effet tunnel), on peut penser que le niveau de décohésion est davantage lié à la fragilisation interfaciale (forme et contamination de l'interface, densité et répartition des cavités) qu'à l'adhésion effective en fin de compression.

3) Echantillons complémentaires, magnésium, argent, nickel, laiton.

a) Magnésium.

Nous avons effectué quelques essais sur ce métal de structure hexagonale compacte parce que, se déformant à froid principalement par glissement sur le plan de base, il ne peut subir de grandes déformations à température ambiante. Ses propriétés élastiques sont presque isotropes mais la limite élastique varie notablement avec la taille du grain (loi du type Petch).

Les 3 échantillons utilisés étaient du type b avec un étranglement progressif de la section de 15 à 8 mm (50 mm^2) pour localiser la rupture initiale sous vide. La taille initiale du grain était de 0,05 mm et l'étuvage d'une vingtaine d'heures à 300°C ne l'a guère fait évoluer. La rupture initiale s'est produite après un très faible allongement ($\sim 2 \text{ mm}$) - qu'il y ait eu ou non des paliers en traction pour les mesures électriques - sous une force très voisine de la force de traction maximum: 1050 kgf. L'aire apparente de la section entaillée a donc peu évolué. La rupture est d'origine intergranulaire.

Une compression légèrement supérieure (1200 kgf) appliquée plus de 3 jours a donné lieu en 11.1 et en 12.1 à des forces de décohé- sion respectives de 360 et 600 kgf. Cet écart est imputable à la géométrie des surfaces rompues et à la dé- formation interfaciale plutôt qu'à la contamination des surfaces : pour l'échantillon 12 en effet les surfaces d'adhésion sont restées exposées environ cinq minutes sous $8 \cdot 10^{-10}$ et l'anneau dynamométrique, endommagé lors de la rupture, a été remplacé par un autre, moins élastique, entraînant une compression plus rapide. Par ailleurs une décharge quasi immédiate après une compression comparable aux précédentes a entraî- né en 14.1 une force de décohé- sion très faible (20 kgf) malgré une certaine ductilité (rupture sous 28 kgf). Un certain fluage superficiel serait donc nécessaire pour que l'aire des zones élémentaires d'interaction prenne une valeur comparable à l'aire apparente de contact.

Au cours d'une série d'essais sur un même échantillon il n'y a pas de détérioration de l'aptitude à l'adhésion. Lorsque le niveau de compression est aug- menté d'un essai à l'autre on note systématiquement un accroissement parallèle de la force de décohé- sion. En 11.9, par exemple, une compression de 1000 kgf maintenue 15 heures (750 kgf -22 heures en 11.8) a donné lieu à la force de décohé- sion la plus élevée pour cet échantillon : 400 kgf. De même, en 14.7, un accroissement du niveau de compression (1800 kgf) et un temps sous charge important (3 jours) ont presque triplé le niveau de la force de décohé- sion, devenue voisine de celle enregistrée en 12.1.

Au contraire, lorsque le niveau de compression est maintenu, ou décroît d'un essai à l'autre, on observe une baisse parallèle notable de la force de déco- hésion. Outre les déformations plastiques inévitables au niveau des aspérités superfi- cielles de contact, une certaine déformation plastique massique semble nécessaire à l'obtention de fortes décohésions. Un très long fluage sous compression joue un rôle équivalent. On peut fournir en exemple une séquence schématisée des essais sur l'échan- tillon 12.

Echantillon 12	essai	4	5	6	7	8	9
niveau de compression (kgf)		750	750	500	500	500	300
temps sous charge (h)		20	20	70	50	20	20
force de décohé- sion (kgf)		255	245	255	220	205	150
Echantillon 12	essai	10	11	12			
niveau de compression		300	500	300			
temps sous charge		15	40 j.	3			
force de décohé- sion		140	260	110			



De toute façon, on observe une certaine adhésion même lorsque le niveau de compression est réduit de moitié par rapport à l'essai précédent et la décharge immédiate : témoin la force de décohé sion de 115 kgf en 14-9 pour une force de compression de l'ordre de la résistance initiale à rupture.

La contamination des surfaces d'adhésion par physisorption des gaz résiduels de l'enceinte (cf spectre d'ambiance présenté au paragraphe : "analyse des gaz résiduels et désorbés sous contrainte") ne semble pas affecter le niveau de la force de décohé sion. Ainsi l'essai 12-11 précédemment schématisé correspondait à une exposition des surfaces d'adhésion d'environ 2 heures sous 10^{-9} torr. De même, l'essai 14-7 où a été enregistrée la plus forte force de décohé sion sur l'échantillon correspondait à une exposition initiale de 10^{-4} torr-seconde des surfaces d'adhésion très fortement comprimées ensuite, il est vrai.

Les surfaces d'adhésion décollées présentaient en général une rugosité anguleuse (arêtes des grains interfaciaux) avec une collerette périphérique plus brillante.

b) Nickel.

Les échantillons 13 et 15 identiques, de type (b), en nickel recuit, à grains moyens (C,15mm), présentaient un étranglement progressif de la section de 15 à 6mm (28mm^2) pour localiser la rupture initiale. Celle-ci a eu lieu en une vingtaine de minutes vers 1000 kgf après passage par une force maximum de traction de 1500 kgf. L'échantillon 45, tiré du même barreau, était du type (c) avec une partie centrale de 34mm de long, dont le diamètre de 8mm était ramené à 5mm en son centre. La rupture initiale (ductile) s'est produite vers 700 kgf après un allongement total de 3,63mm (10%) et une force maximum de traction de 1120 kgf.

Après 5mm d'exposition des surfaces d'adhésion sous $8 \cdot 10^{-9}$ torr, compression en une douzaine de minutes jusqu'à la force maximum de traction précédente (contraction 1,62mm) et décharge immédiate, l'échantillon 45 a été remis à l'atmosphère. Une coupe longitudinale de la zone interfaciale a révélé une soudure saine sur une aire apparente de 12mm^2 avec une fente périphérique de 0,2mm de profondeur. La forme de l'interface est encore très irrégulière (rupture en cône et cratère). On retrouve une certaine porosité de la zone interfaciale. Les cavités, distribuées surtout le long de la partie centrale (cône et cratère) de l'interface, s'allongent sur celui-ci avec des dimensions qui excèdent rarement 25 μ (planche XXIV). Les grains allongés arrivent sensiblement perpendiculairement à la surface d'adhésion. Certains grains plus petits, contre celle-ci, semblent provenir de la rupture initiale transgranulaire. Sur certaines plages l'interface a l'aspect d'un joint de grain ordinaire.

Pour l'échantillon 13 une compression jusqu'à une force de l'ordre de la résistance initiale en traction maintenue une vingtaine d'heures a donné lieu à une force de décohésion (rupture brusque) de 380 kgf. La force de décohésion obtenue au cours d'essais successifs a décru continuellement au cours des premiers essais sans qu'un accroissement du niveau de compression puisse lui redonner une valeur importante. Ainsi en 13-6 une compression sous une force égale à celle du 1er essai, maintenue 4 jours, n'a conduit qu'à une force de décohésion de 90 kgf et la même compression maintenue un jour à l'essai suivant n'a donné lieu qu'à une adhésion globale négligeable.

On a obtenu les mêmes résultats sur l'échantillon 15. Un premier essai où la compression de 1300 kgf a été déchargée immédiatement a donné lieu à une force de décohésion de 1100 kgf, équivalente à la résistance du métal écroui ($\sim 75 \text{ kgf/mm}^2$) si on assigne à l'aire apparente de contact une valeur comparable ($\sim 15 \text{ mm}^2$) à celle mesurée pour l'échantillon 45.

Au 2ème essai une compression sous 1500 kgf maintenue une centaine d'heures a pareillement conduit à une force de décohésion très importante ($\sim 1200 \text{ kgf}$). Bien que l'aire de contact soit stabilisée, les forces de décohésion obtenues n'ont cessé de décroître aux essais suivants au point qu'une compression de 1600 kgf maintenue une quarantaine d'heures n'a donné lieu qu'à une force de décohésion de 55 kgf. Comme ce niveau de décohésion s'est maintenu à l'essai suivant où les surfaces d'adhésion sont restées exposées 2 heures sous 10^{-8} torr, il ne semble pas que la contamination cumulée de ces dernières soit à l'origine de la fragilisation du joint d'adhésion.

Cette dernière serait plutôt la conséquence de la faiblesse croissante de la relaxation plastique des contraintes élastiques développées à l'interface de plus en plus écrouie par les compressions successives. Si on compare l'évolution de la résistance électrique entre têtes d'échantillons en fonction de la force de compression pour les essais 1 et 2 de l'échantillon 13 (courbe 11), on constate que :

- a) la décroissance initiale jusque vers 250 kgf est plus rapide au 2ème essai du fait de la déformation correspondant au 1er,
- b) la phase sensiblement linéaire entre 250 kgf et la compression maximum est au contraire beaucoup plus lente au 2ème essai et traduit le durcissement et la stabilisation de l'aire interfaciale,
- γ) à la décharge jusqu'à contrainte nulle on n'observe qu'un accroissement très faible de la résistance électrique pour les 2 essais,
- δ) tandis que cette remontée très limitée de la résistance interfaciale se prolonge pour les tractions du 1er essai pratiquement jusqu'à la rupture, on observe une remontée plus rapide des valeurs de la résistance électrique pour les tractions assez



faibles du 2ème essai. Au moment de la décohésion, vers 300 kgf, on retrouve la valeur obtenue à la compression pour une charge équivalente.

Il est possible que, bien qu'en fin de compression (ou même jusqu'à décharge complète) l'adhésion soit aussi saine (quoique sur une aire différente) pour les 2 essais, les contraintes résiduelles rompent non simultanément certaines jonctions élémentaires où l'énergie élastique est plus concentrée lors de la décharge du 2ème essai. Au fur et à mesure des essais, le durcissement interfacial croissant aurait de plus en plus de difficulté à accommoder les différences de rigidité entre jonctions élémentaires.

c) Argent.

Les échantillons d'argent (pureté 99,99% grain fin) sont du type (C) avec extrémités filetées sur bagues en acier inoxydables de 8mm d'épaisseur. Le n°32 a son diamètre de 12mm ramené progressivement à 6mm en son milieu pour localiser la rupture, tandis que les n°37, 41 et 44 présentent une partie centrale de 34mm de long, 8mm de diamètre entaillée à 7mm en son milieu. Tous ces échantillons ont été recuits par l'étuvage in situ d'une quinzaine d'heures à 300°C. L'échantillon 32 a de plus été recristallisé au préalable à plus de 600°C après déformation (taille du grain de l'ordre de 0,8µm).

Pour ce dernier échantillon la force maximum de traction a été de 445 kgf et la rupture s'est produite sous 325 kgf après un allongement total de 3,15mm (~10%) en une trentaine de minutes. Pour les autres échantillons la force maximum de traction a été voisine de 810 kgf (soit une contrainte moyenne de 20 kgf/mm^2 bien supérieure à celle de 32) et la rupture s'est produite vers 400 kgf après un allongement de l'ordre de 10-11mm (~ 25-30%).

Après environ 10^{-6} torr-s. d'exposition au vide de l'enceinte des surfaces d'adhésion, les échantillons 37, 41 et 44 ont été comprimés en une dizaine de minutes jusque vers 600 kgf, puis déchargés aussitôt et démontés de leurs supports après remise à l'atmosphère de l'enceinte (cf échantillon 41 planche V). Les coupes longitudinales de la zone interfaciale ont révélé des adhésions saines sur une aire apparente voisine de 15 mm^2 . Il est même surprenant d'obtenir des aires si voisines alors que les contractions en compression étaient respectivement de 0,98mm (n°37-600kgf), 1,95mm (n°41-655 kgf), 1,15mm (n°44-655kgf en 40 mm).

La révélation du grain et les figures de corrosion réalisées sur les coupes longitudinales (planches XIV et XV) montrent que la texture obtenue lors de la rupture initiale s'est conservée mais que les grains, très fins, se sont couchés sur l'interface. Ce dernier a une forme assez irrégulière (surface de rupture initiale) mais moins contorsionnée que pour le cuivre par exemple. A part quelques rares grosses cavités, il est difficile d'en observer de plus fines le long de la surface d'a-

dhésion (à moins que leur taille $\leq 1\mu$ ne soit pas perceptible au microscope) Cette surface apparaît le plus souvent comme une bande de plus forte déformation où les contours des grains et les glissements rattrapent les courbures locales des irrégularités de rupture.

Pour l'échantillon 32, une compression en 4 minutes jusque vers 230 kgf (moitié de la résistance initiale) a été adoptée pour les 6 essais. Après la décharge du 6ème essai et remise à l'atmosphère l'aire apparente d'adhésion était voisine de $7,5\text{mm}^2$ (planche III) et laisse présager une importante fragilisation géométrique par concentration de contraintes à caractère triaxial. Au 1er essai où la décharge a suivi immédiatement la compression, la rupture s'est néanmoins produite sous la force maximum de décohé-sion de 150 kgf pour un allongement comparable à la contraction en compression (0,42mm). Au 2ème essai, après 15 heures sous compression maximum (fluage global insignifiant sous cette charge), on peut admettre que l'aire apparente de contact était stabilisée : la force de décohé-sion trouvée : 164 kgf correspond alors à une contrainte supérieure à 22 kgf/mm^2 donc à la résistance propre du métal. Au 4ème essai on note une baisse sensible de la force de décohé-sion (66 kgf) après une décharge succédant immédiatement à la compression. Aussi les surfaces d'adhésion séparées, ont été chauffés in situ vers 225°C pendant plus de 3 heures et laissées en refroidissement une dizaine d'heures sous haut vide. L'adoucissement du métal superficiel a eu un effet plus important que la contamination puisque la même compression qu'en 4, déchargée immédiatement, a permis d'enregistrer une force de décohé-sion de 102 kgf. On peut penser que le traitement thermique précédent a également permis une certaine désorption des gaz occlus dans le métal sous les surfaces d'adhésion.

Les résultats précédents montrent, en conclusion, que la faible énergie de faute d'empilement de l'argent, qui conditionne notamment la forte dissociation des dislocations et les grandes déformations nécessaires à l'apparition des glissements élevés ($\sim 20\%$ à température ambiante) n'affecte pas l'aptitude à l'adhésion du métal à grains fins.

d) Laiton partiellement dézincifié.

Afin de rechercher l'influence d'une certaine porosité sur l'adhésion, nous avons cherché à opérer sur du laiton préalablement dézincifié sous vide. Nous espérons également pouvoir nous faire une idée des phénomènes de transport à l'interface en suivant l'évolution de la concentration résiduelle en zinc et le déplacement des vides de Kirdendall dans cette zone.

L'échantillon 34, de type (C), comportait avant dézincification une partie cylindrique de 12mm ramenée en son milieu à 6mm pour localisation de la rupture, tandis que l'échantillon 43 comportait une partie cylindrique de 10mm entaillée à 8mm en son milieu. La dézincification a duré plus de 20 heures à 700°C sous vide secondaire. Par simple considération du poids avant et après traitement la concentration globale moyenne en zinc est sensiblement passée de 38 à 20%. En fait, comme le montrent à posteriori, certaines photos de coupes longitudinales, (planche IV), seule la couche externe de l'échantillon est fortement dézincifiée sur quelques millimètres : à cette distance du bord de la coupe on a pu observer qualitativement à la microsonde électronique un important gradient radial de concentration en zinc. L'étuvage des 2 échantillons n'a pas dépassé une vingtaine d'heures à 150°C pour ne pas trop contaminer l'enceinte par le zinc évaporé. Pour l'échantillon 34 le diamètre de la section de rupture est passé après dézincification à 5,80mm. Pour l'échantillon 43 ce diamètre est passé à 7,50mm tandis que la distance entre 2 raies de part et d'autre de l'interface initialement séparées par 30mm est passée à 28,85mm.

Pour l'échantillon 34 la rupture initiale s'est produite vers 200 kgf après une force de traction maximum de 208kgf (28mm^2 de section initiale à l'étranglement) et un allongement total de 0,70mm. Cette faible résistance et cette grande fragilité sont liées à la porosité de Kirkendall (à titre comparatif un échantillon identique non dézincifié a été rompu à l'atmosphère vers 1700 kgf). Pour l'échantillon 43 la rupture initiale s'est produite vers 485 kgf (44mm^2) et l'allongement total a été de 1,53mm. Nous analyserons au paragraphe suivant la très forte désorption gazeuse qui a accompagné la rupture initiale et les compressions ultérieures de ces échantillons.

Ce dernier échantillon a été comprimé en 12mm jusqu'à 700 kgf (contraction 1,85mm), immédiatement déchargé puis remis à l'atmosphère (planche V). L'aire apparente de contact de diamètre 5mm présentait une fine fente périphérique. Une coupe longitudinale de la zone d'adhésion a été réalisée (planche XXVI) pour examen à la microsonde électronique. Après polissage mécanique puis électrolytique, la zone centrale (3mm environ) ne présentait pas de microcavité interfaciale au microscope en dehors d'une certaine porosité de Kirkendall. Par contre, la fente périphérique prémentionnée se prolongeait par une série continue de petites cavités jusqu'à la ligne de séparation des teintes rouge et jaune (environ 20% de zinc).

A la microsonde on a observé de fréquents accroissements locaux de la concentration en zinc sur une dizaine de microns dans la zone interfaciale périphérique. Nous avons effectué un balayage de la zone interfaciale de $50\text{ }\mu$ en $50\text{ }\mu$ parallèlement à l'axe de l'échantillon. On a pu constater ainsi, sans pouvoir le chiffrer, un déplacement radial centrifuge des lignes d'isoconcentration en zinc sur une bande interfaciale inférieure à $100\text{ }\mu$. Ce déplacement irrégulier est plus particulièrement net sur la ligne d'isoconcentration limite de la dézincification (important gradient radial). On a ainsi une limite supérieure de la largeur supérieure



re de la largeur de la bande où peuvent s'être produits des réarrangements granulaires lors de la compression. Malheureusement, rien ne permet de négliger les perturbations dans le gradient radial de concentration en zinc lors de la striction à rupture, si ce n'est que cette striction a été peu prononcée et rapide (moins de 2 minutes).

Nous projetons d'opérer sur du laiton initialement moins riche en zinc et davantage dézincifié de manière à accroître la sensibilité relative de comptage de la concentration en zinc à la microsonde, et réduire la porosité de Kirkendall. Par ailleurs, il faudrait opérer sur un échantillon cylindrique du type (d) (suppression de l'entaille) que l'on scierait in situ le plus rapidement possible (plusieurs vitesses de coupe sur différents échantillons identiques pourraient d'ailleurs fournir l'ordre de grandeur de la perturbation) pour que l'échauffement local du fraisage ne modifie pas trop le long de la coupe le gradient radial de concentration en zinc. L'écartement à l'interface des lignes d'isoconcentration, initialement parallèles à l'axe de l'échantillon, pourraient fournir des renseignements à l'échelle de la microsonde (1 micron) sur la distribution du fluage interfacial.

Pour l'échantillon 34 une compression de 4mm jusque vers 225kgf (contraction 0,44mm) suivie d'une décharge immédiate s'est traduite par une force de décohesion de seulement 25 kgf (allongement 0,20mm). Cette fragilité n'a fait que croître au cours des essais suivants. A l'essai 3 une compression de 1000 kgf (contraction 1,48mm) maintenue 25 heures n'a donné lieu qu'à une force de décohesion de 7kgf. A l'essai suivant, la même compression a été maintenue plusieurs heures à température ambiante (contraction 0,8mm), puis à une température qui a été portée en 2 heures à 225°C avant arrêt des éléments chauffants. La décharge s'est effectuée d'elle-même par le jeu du fluage et du retrait thermique. Après ouverture de l'enceinte l'aire apparente de contact (36mm^2) était supérieure à celle initialement prévue pour la rupture, signe d'une importante déformation interfaciale (planche IV). Une coupe longitudinale de la zone interfaciale examinée au microscope (planche XXVI), montre que la porosité est fortement réduite et permet de retrouver la "fissure" périphérique constituée en fait de microcavités presque accolées jusqu'à l'intersection de l'interface et de la ligne d'isoconcentration 20%. En fait, cette ligne de séparation des 2 teintes correspond sensiblement à la limite de la couche externe dézincifiée et on peut penser que le coeur central en laiton très peu ou pas dézincifié supportait à lui seul la quasi totalité des contraintes tant en traction qu'en compression. Pour des laitons *homogènes*, l'allongement et la charge de rupture varient avec la concentration en zinc suivant les courbes reproduites à la figure 1. La couche externe est moins résistante et sa porosité lui fait perdre sa ductilité. S'y ajoutent d'ailleurs la fragilité géométrique due à l'étranglement de l'échantillon et celle résultant de l'hétérogénéité des propriétés mécaniques du fait du gradient de concentration en zinc.

En conclusion, il semble difficile d'apprécier l'influence de la porosité sur l'aptitude à l'adhésion du fait de la fragilisation correspondante. Une concentration initiale faible en zinc pourrait fournir des résultats plus exploitables.

4) Analyse des gaz résiduels et désorbés sous contraintes.

Le spectromètre de masses a permis de préciser la composition de l'environnement gazeux de l'enceinte avant rupture sous haut-vide ou pendant les essais sur les échantillons allant du n°11 et 45. Sa grande sensibilité (10^{-14} torr) a permis d'enregistrer au cours d'un essai les désorptions éventuelles suffisamment fortes de gaz adsorbés ou occlus dans l'échantillon. Malheureusement, l'emploi obligatoire d'un shunt magnétique pour les faibles masses n'a pas permis de suivre simultanément les concentrations d'hydrogène (concentration prépondérante) et des autres gaz intéressants, de masse supérieure à 12.

La composition des gaz résiduels de l'enceinte dépend de nombreux facteurs: temps de séjour préalable à l'atmosphère, durée et température d'étuvage, niveau du vide (microfuites), temps de fonctionnement des sublimateurs de la pompe ionique. On estime que la composition type de l'ultra-vide de l'enceinte après une vingtaine d'heures d'étuvage à 300°C est la suivante pour une pression totale inférieure à 10^{-9} torr: hydrogène (pic 2): 85-95% — azote et oxyde de carbone (pics 28 et 14): 5-10% — hydrocarbures représentés par les pics 15,16,17: 0,5-1% par pic — vapeur d'eau (pic 18): <0,50% — gaz carbonique (pic 44): <0,3% — oxygène (pics 32 et faible fraction de 16): <0,1% — autres pics peu importants sûrement <0,1%, comme le carbone (pic 12).

Les mesures de désorption gazeuse sous contrainte ne peuvent être qu'indicatives. Les premières mesures avec supports d'échantillons isolés au mica ont par exemple surtout mis en évidence la très forte désorption sous contrainte des feuilles de mica, sans doute particulièrement propices à l'adsorption gazeuse lors de l'étuvage (variations du pic 16 surtout). De plus, la surface d'adhésion ne représente qu'une très faible partie de l'aire des pièces métalliques comprimées. Néanmoins, en supprimant le mica des supports (dernier dispositif d'alignement), il a été possible de mettre en évidence sans ambiguïté (désorption pendant le fluage de l'échantillon, par exemple, sans variation des contraintes et déplacements des autres pièces), des variations mesurables sur la hauteur des pics 2,15,16. Cette désorption d'hydrogène et d'hydrocarbures (radicaux correspondants) adsorbés à la surface de l'échantillon accompagne le début de toute déformation importante en traction ou en compression. Lorsque les essais sont répétés, notamment, la désorption se produit le plus souvent à partir de la charge maximum de l'essai précédent. La désorption est vraisemblablement plus sensible à la déformation globale de l'échantillon qu'à celle localisée dans la zone interfaciale.

Nous allons brièvement reproduire quelques résultats intéressants, *sans plus tenir compte de la désorption d'hydrogène.*

L'adsorption des gaz résiduels de l'enceinte pendant 24 heures sur les surfaces d'adhésion de l'échantillon 19 (cuivre) avant l'essai 9 n'a donné lieu à aucune désorption mesurable lors de la compression: ce genre de désorption, d'ailleurs négligeable devant celle des soufflets métalliques, échappe aux possibilités de détection de l'analyseur.



Pour l'échantillon 21 (aluminium 99,999) on a observé un doublement de la hauteur des pics 15 et 16 lors de la striction en fin de rupture initiale (déformation de la surface latérale de l'échantillon).

Sur l'échantillon d'aluminium 33 on n'a observé des variations de hauteur du pic 16 qu'au bout de la striction-rupture et du flambement en compression, c'est-à-dire lorsque la vitesse de déformation a été accrue.

L'échantillon 38 (cuivre 99,999), usiné en 2 parties à l'atmosphère, n'a donné lieu à une désorption mesurable qu'à la limite élastique globale de la 1ère compression seulement. Sur le court intervalle de temps correspondant, la hauteur du pic 15 a été multipliée par 2 et celle du pic 16 pratiquement par 10 (oxygène occlus se désorbant en même temps que les radicaux d'hydrocarbures adsorbés).

Pareillement, pour l'échantillon 40 en cuivre, de même pureté, c'est au début de la traction seulement que la hauteur des pics 15 et 16 a été sensiblement multipliée par 2.

L'échantillon d'argent 39 usiné en 2 parties à l'atmosphère a désorbé de l'oxygène (pics 16 et 32) lors des compressions des 1° et 2° essais.

Les résultats de désorption les plus probants concernent les échantillons de *laiton*, très poreux dans l'épaisseur dézincifiée, qui sont d'ailleurs sortis de l'enceinte couverts de pustules blanchâtres (planche V) (produits de polissage électrolytique).

Pour l'échantillon 34 la rupture initiale s'est accompagnée dans son dernier stade d'une multiplication par 10 de la hauteur du pic 16, sans aucune variation des pics 14 et 18. La 1° compression a vu une remontée de 100% des pics 15 et 16 tandis que la compression plus forte du second essai donnait les variations suivantes : pics 15 et 16 multipliés par un facteur supérieur à 10, hauteur des pics 12, 13, 14, 44 multipliée à peu près par 5 (aucune variation sur les pics 17 et 18). Après le traitement thermique du dernier essai les spectres d'ambiance indiquent principalement un triplement de la hauteur des pics 16 et 17.

Lors de la rupture de l'échantillon 43 la hauteur des pics 14, 15, 16 est sensiblement doublée, celle de 44 triplée et on assiste à une forte désorption correspondant aux pics 26 et 27 (radicaux carbonés). La compression de cet échantillon s'est accompagnée des variations de hauteur suivantes : pics 12:x3, 14:x10, 15:x7, 16:x3, 17 et 18 inchangés 32 : léger accroissement, 44:x2.

La fragilisation de la rupture initiale et des essais d'adhésion est évidemment liée à l'absorption gazeuse ainsi décelée. Un traitement thermique initial poussé sous ultra-vide était justifié mais aurait contaminé l'enceinte (risque de fuites électriques par dépôt de zinc sur les isolants de la pompe ionique).

E - ESSAIS SOUS VIDE D'ECHANTILLONS SCIÉS IN SITU.

Il était difficile de contrôler l'aire apparente de contact au moment de l'adhésion et de supprimer l'importante déformation et la texture qui en résulte lors de la rupture initiale des échantillons du type précédent; aussi avons-nous mis progressivement au point un dispositif de sciage où la fraise-scie (0,5mm d'épaisseur) permet de tronçonner en 5 à 10 minutes, sur une épaisseur de 0,56mm, la partie centrale cylindrique de diamètre 6 à 8mm d'échantillons de type (d). Les surfaces tronçonnées étaient relativement planes et lisses et il a paru intéressant de les recouvrir presque immédiatement, sans rompre le haut vide, d'un film superficiel sublimé de titane. On espérait ainsi, d'une part déterminer à peu près l'épaisseur du film interfacial à partir de laquelle cessait l'adhésion du métal de l'échantillon, et d'autre part visualiser les déformations superficielles (marches de glissement) plus ou moins modifiées par le film sublimé. Nous n'avons en fait qu'aborder cette étude qui nécessite, en particulier, un dispositif de contrôle de l'uniformité sur toute la section de l'épaisseur du film déposé.

Tous les échantillons utilisés présentaient en leur milieu une partie cylindrique de 12mm de long dont le diamètre initial compris entre 6 et 8mm est mentionné dans le tableau résumé. 2 raies très fines distantes de 10mm sur cette surface cylindrique permettaient de contrôler à posteriori la déformation de la partie intéressante de l'échantillon. Tous les échantillons ont subi un étuvage initial d'une douzaine d'heures à 200°C. Nous avons également mentionné dans le tableau résumé le temps total de la phase de sciage (y compris les arrêts momentanés nécessaires, avant utilisation de la poudre de bisulfure de molybdène, pour éviter le grippage du flexible d'entraînement) et, pour les échantillons d'aluminium, ceux que nous avons au préalable recristallisé à gros grains ($\sim 5\text{mm}$).

1) Essais sans sublimation de titane.

Echantillon n°	Métal et pureté	ϕ (mm)	temps de sciage (mn)		nombre d'essais
			total avec arrêts	effectif	
50	Aluminium 99,99	8	30	9	1 compression-dé-charge
53	Aluminium 99,99	6	100	25	idem
54	Aluminium 99,99	6	25	10	idem
55	Aluminium 99,99	7	25	14	idem
57	Duralumin AU 4G	7	15	15	idem
58	Duralumin AU 4G	7	10	10	idem
59	Magnésium 99,9	7	20	15	idem
61	Argent 99,99	6	45	30	idem
63	Laiton légèrement dézincifié	7,85	25	25	idem
65	Aluminium 99,995 monocristallin	8	18	18	idem
67	Aluminium 99,999 (gros grains)	7	8	8	5 essais
68	idem	7	5	5	3 essais
69	idem	7	10	10	4 essais

a) Echantillons d'aluminium.α) Influence des différents paramètres envisagés en D.

Les échantillons n°67, 68 et 69 identiques, de diamètre 7mm étaient tirés du même barreau d'aluminium à 99,999% de pureté et gros grains (2mm). Cette taille de grain a été sensiblement doublée pour les échantillons 67 et 68 après quelques pour cents de déformation et recristallisation 6 et 20 heures à 500°C (planche V). L'étuvage n'a eu lieu qu'après le 1er essai pour l'échantillon 68. Le sciage a duré entre 5 et 10mn. Le vide est remonté en fin de sciage jusqu'à $2 \cdot 10^{-6}$ torr pour 67 et 69 puis redescendu à moins de 10^{-7} en 2 minutes.

On peut schématiser ainsi les différents essais sur ces échantillons, en désignant par

- E , l'exposition en torr.s après sciage ou décohesion
 t le temps de compression en mm
 F_c en kgf et σ_c en kgf/mm², la force et la contrainte maximum de compression
 t_c le temps en mm sous cette compression
 Δl la contraction en mm, en fin de compression
 F_a la force de décohesion en kgf.

Essai n°	E	t	F_c	σ_c	t_c	Δl	F_a
67.1	quelques 10^{-5}	2,5	65	1,7	60	0,35	51
2	$\sim 10^{-8}$	6	122	3	0	1,00	98
3	$\sim 10^{-9}$	8	170	3,9	60	1,30	138
4	$\sim 10^{-3}$ dont 3h de chauffage d'1 demi-échantillon jusqu'à 230°C	6	182	4	800	1,00	22
5	$\sim 10^{-6}$	10	260	5,2	15	1,96	aucune adhé- sion globale
68.1	$2 \cdot 10^{-4}$ (pompage à diffusion seul) après sciage sous $5 \cdot 10^{-5}$ torr	6	115	3	60	1,03	~ 5
2	~ 1 dont 12h d'étuvage à 200°C	8	168	4,2	60	1,51	<5
3	$\sim 10^{-7}$	5	195	4,8	~ 0	0,68	adhésion très faible
69.1	quelques 10^{-5}	30	82	2,1	60	0,40	86 décharge lente (28mm)
2	$5 \cdot 10^{-7}$	60	130	3,2	~ 0	0,98	124 décharge lente (28 mm)
3	$2 \cdot 10^{-7}$	5	160	4	$\sim 10^3$	0,82	151
4	$1,5 \cdot 10^{-4}$ (pompage à diffusion)	6	190	4,5	20 vide $8 \cdot 10^{-5}$ t.	0,93	146



N'ayant pas à rétablir par déformation l'aire interfaciale, il était intéressant d'adopter des contraintes bien inférieures à celles des échantillons rompus initialement sous vide. Il est assez difficile de préciser la limite élastique compte tenu de la structure interfaciale. Du fait de la vitesse de coupe relativement importante (~ 200 m/mm), le frottement correspondant (contrainte et échauffement locaux) a entraîné la formation sous chaque surface sciée d'une couche d'une vingtaine de μ de grains très fins (quelques μ) plus ou moins recristallisés (planche XXVIII). L'échauffement lors du sciage explique les 2 copeaux en lames minces d'une vingtaine de mm qui prolongent l'interface de tous les échantillons d'aluminium sciés sous vide (planche VI). Les copeaux élémentaires échauffés par frottement s'agglutinent progressivement après éjection (on en observe d'ailleurs très peu sur le fond de l'enceinte). La déformation globale interfaciale mesurée est donc la résultante d'une déformation massique relativement faible des gros grains sous-jacents et d'une déformation plus importante de cette couche "tampon" de 20 à 50 microns. On peut s'attendre à ce que la structure fine de cette couche accommode plus facilement les différences de rugosité et d'orientation lors de la compression et par conséquent réduise la densité des microcavités interfaciales. Par contre, sa consolidation plus prononcée et sa surface de joints de grains importante en font une zone privilégiée pour l'initiation et la propagation des fissures lors de la décohésion en traction. Comme point de repère pour les contraintes on peut rappeler qu'une tension de $2,3 \text{ kgf/mm}^2$ correspond à l'apparition des glissements déviés lors d'un essai de traction d'aluminium à grains fins de pureté 99,99%.

Pour les 3 premiers essais sur l'échantillon 67 on retrouve un coefficient d'adhésion de 0,8 indépendant du niveau de la compression globale maximum et de son temps d'application. On peut supposer la cohésion métallique parfaite (formation de joints de grains élémentaires) sur une aire (correspondant à un certain rapprochement des 2 réseaux) qui évolue à peu près proportionnellement à la contrainte globale appliquée en fin de compression. Les valeurs de la contraction globale en fin de compression, bien qu'elles ne soient qu'une très grossière approximation de la déformation de la couche interfaciale, évoluent d'ailleurs dans le même sens.

Pour les 2 premiers essais sur l'échantillon 69, nous avons adopté une vitesse de déformation (en compression comme en décharge) 10 fois plus faible que pour les essais précédents, tandis que nous avons repris la vitesse de déformation ordinaire pour les 2 derniers. Les 3 premiers essais, caractérisés par un coefficient d'adhésion voisin de l'unité ne semble pas accorder une grosse importance tant au facteur *vitesse de déformation* qu'au *temps sous compression maximum*. La comparaison des 3 premiers essais sur 67 et 69 confirme le peu de signification intrinsèque du coefficient d'adhésion. Une taille de grain plus faible en 69, une recristallisation

plus prononcée lors du sciage (un peu plus long en 69), ou simplement un état de surface après sciage plus favorable suffisent à modifier l'aire effective des joints formés ou leur fragilité lors de la décohésion. Dans tous les cas l'allongement global lors de la décohésion est très faible (inférieur à 0,1mm).

β) Influence particulière de la contamination interfaciale.
.....

En 67-4, les surfaces d'adhésion étant séparées sous ultra-vide ($< 10^{-9}$ torr), un demi-échantillon seul a été porté à 230° en 3 heures, puis après refroidissement à température ambiante les demi-échantillons ont été comprimés et maintenus sous charge assez longtemps. Il est peu vraisemblable que la faible force de décohésion enregistrée soit à attribuer à la recristallisation sur le seul demi-échantillon chauffé de la couche superficielle obtenue au moment du sciage. Si la dissymétrie et le gradient important dans les propriétés mécaniques de la couche interfaciale était le facteur de fragilisation prépondérant, il devrait disparaître à l'essai suivant : en fait, après les importantes contraintes et déformations en compression de 67-5 les demi-échantillons se sont séparés d'eux-mêmes après décharge et démontage délicat du dispositif de fixation. L'exposition d'environ 10^{-3} torr-seconde au vide de l'enceinte en 67-4 est donc responsable de la fragilité du joint d'adhésion. La surface de joints importante dans la couche interfaciale est peut-être le siège d'une diffusion importante de l'hydrogène provenant de l'exposition aux gaz résiduels de l'enceinte : les déformations en compression, beaucoup moins importantes que pour les échantillons rompus ne suffiraient pas à faire désorber cette source de fragilisation.

En 69-4, la proportion relative des gaz résiduels de l'enceinte n'a pas dû être beaucoup modifiée par l'ouverture sur le booster (pompage à diffusion) en fonctionnement depuis 1 heure. L'exposition de quelques secondes des surfaces d'adhésion sous 5.10^{-5} torr n'a pas affecté beaucoup le niveau de la force de décohésion. Les essais 67-5 et 69-4 situent donc le seuil d'influence de la contamination des surfaces d'adhésion par l'environnement gazeux généralement utilisé pour nos essais aux alentours de 10^{-4} torr-seconde. Compte tenu de l'analyse spectrométrique précédemment mentionnée faisant état de pressions partielles d'oxygène et de vapeur d'eau inférieures au centième de la pression totale on voit que le seuil précédemment trouvé correspond sensiblement à l'adsorption d'une monocouche de ces gaz.

Pour l'échantillon 68, le 1er essai a été effectué avant étuvage (concentration plus forte en oxygène et vapeur d'eau), et l'exposition de 2.10^{-4} torr.s. après sciage sous un vide de 5.10^{-5} torr (pompage à diffusion) justifie pleinement la force de décohésion négligeable obtenue après 1 heure sous compression. A l'essai suivant l'étuvage d'une douzaine d'heures à 200°C a permis la recristallisation complète de la couche interfaciale. L'accroissement important de la déformation en com-

pression (cf la contraction globale) et la réduction de la fragilité "mécanique" n'ont pu contrebalancer la baisse d'adhésion et la fragilisation résultant de la contamination. Il est bon toutefois de noter qu'en 68-3 la décharge a été arrêtée sous contrainte nulle et l'échantillon soigneusement démonté de ces supports (planche V) : la fragilité de l'adhésion, néanmoins certaine, est apparue lors de la préparation d'une coupe longitudinale (rupture dès le début du tronçonnage).

γ) Influence d'une prétraction avant sciage et d'un sciage prolongé.
.....

Les échantillons 53, 54, 55 tirés du même barreau d'aluminium (99,99% de pureté) ont été sciés sous haut vide de façon identique : 2 reprises de 5mn séparées par une quinzaine de minutes sous vide pour 54 et 55, 5 reprises et 5 pauses intermédiaires identiques aux précédentes pour 53. L'échantillon 54 a été scié sous une prétraction de $4,5 \text{ kgf/mm}^2$ (allongement 0,97mm : 7%). Après remontée de la fraise-scie qui assurait ainsi un ultime décapage par frottement, la compression s'est effectuée après une exposition au vide de l'enceinte de 2.10^{-4} torr.s pour 53, 5.10^{-5} torr.s pour 54, 2.10^{-3} torr.s dont 2 heures de chauffage des demi-échantillons jusqu'à 215°C pour 55. La même compression moyenne de 5 kgf/mm^2 a été appliquée aux 3 échantillons donnant lieu à une contraction de l'ordre de 10% pour 53 et 54, 20% pour 55 (recristallisation de la couche interfaciale). Les 3 échantillons ont été déchargés immédiatement en fin de compression et démontés précautionneusement de leurs supports après remise à l'atmosphère de l'enceinte. Les échantillons 53 et 55 se sont séparés d'eux-mêmes (planche VI). Par contre, après polissage au diamant d'une coupe longitudinale l'échantillon 54 présentait une adhésion saine avec quelques microvides visibles au microscope le long de l'interface sur l'aire apparente de contact. Le polissage électrolytique préalable nécessaire pour la mise en évidence du joint et les figures de corrosion, est particulièrement virulent au niveau de la couche interfaciale et permet d'apprécier sa largeur (planche XXVII). En dehors de la bande d'une vingtaine de μ attaquée préférentiellement les figures de corrosion ne révèlent pas une densité de dislocations plus importante ni de structure particulière au voisinage de la surface d'adhésion; elles permettent souvent de retrouver le même grain avec de légères désorientations et de faibles décalages de part et d'autre du trait de scie.

Ces 3 essais montrent qu'un durcissement massif ou superficiel n'altère pas systématiquement les aptitudes à l'adhésion de l'aluminium. Par contre, la contamination interfaciale correspondant à une exposition supérieure à 10^{-4} torr.s des surfaces d'adhésion au vide de l'enceinte a des effets plus marqués qu'une éventuelle amélioration de l'aptitude à la déformation superficielle par recristallisation de la couche perturbée au sciage. A vitesse de pénétration de la fraise-scie à peu près constante (résistance du flexible - couplage magnétique) le nombre d'arrêts momentanés dans le sciage, donc le temps total de l'opération ne semble pas avoir grande influence. En particulier, le retrait de la fraise-scie semble être

moyen de *décontamination mécanique* suffisant pour être pris comme point de départ de la mesure de l'exposition des surfaces d'adhésion aux gaz résiduels de l'enceinte. Enfin, le fait d'avoir retrouvé un seuil de contamination pour une exposition critique de l'ordre de 10^{-4} torr.sec. est intéressant, car il n'y a aucune raison pour que les gaz désorbés par les frottements des pièces du dispositif de sciage aient la composition de l'environnement initial de l'enceinte sous ultra-vide.

L'échantillon 50 a été scié sans prétraction dans des conditions voisines des précédents, comprimé, après quelques 10^{-5} torr.s d'exposition des surfaces d'adhésion, sous environ $3,8 \text{ kgf/mm}^2$ puis déchargé immédiatement jusqu'à contrainte nulle (planche VI). Une coupe longitudinale de la zone interfaciale (cf planche XXVII en particulier) révèle une adhésion sans microcavité appréciable sur toute l'aire apparente de contact et une bande d'une quinzaine de μ où la taille du grain est vraisemblablement extrêmement fine.

a) Essai sur le monocristal 65.

Un cliché de Laüé aux rayons X a situé l'axe de ce monocristal cylindrique (50mm de long dont $2 \times 13 \text{ mm}$ embagués à ses extrémités comme le montre la planche II) presque exactement au centre du triangle stéréographique standard donc dans une zone peu encline initialement au glissement multiple. Le sciage a été effectué particulièrement lentement. L'exposition préalable des surfaces d'adhésion a été de quelques 10^{-6} torr.s avant la compression de 8mm jusqu'à 90 kgf (contraction $1,64 \text{ mm} \sim 7\%$). L'échantillon a été déchargé au bout de 2mm. Un léger arrachement en fin de sciage et le système rigide de fixation des têtes ont entraîné 2 légères courbures opposées du cristal au voisinage de l'interface et un léger décalage des demi-échantillons sur une partie de l'aire de contact. Nous reproduisons à la planche XXX quelques unes des photos correspondant à une coupe longitudinale de la zone interfaciale sur laquelle nous avons effectué des figures d'attaque ("réactif aux 3 acides") après un léger polissage électrolytique. On voit que l'orientation du cristal n'est perturbée qu'au voisinage immédiat (moins de 20μ) de l'interface où les relations d'orientation sont d'ailleurs difficiles à mettre en évidence du fait de l'attaque électrolytique sélective. La forme des surfaces attaquées laisse supposer une structure interfaciale quasi amorphe à grains très fins.

b) Echantillons complémentaires.

Les échantillons identiques en *duralumin* 57 et 58, plus résistants et moins ductiles que l'aluminium devaient permettre de tester l'influence d'une prétraction. Le 57 a été soumis à une prétraction de 26 kgf/mm^2 (allongement $0,26 \text{ mm}$ soit 2%) immédiatement déchargé, puis scié en une quinzaine de minutes. Après une exposition de 10^{-5} torr.s des surfaces d'adhésion au vide de l'enceinte, l'échantillon a été comprimé en 10mm jusque vers 34 kgf/mm^2 (contraction $0,64 \text{ mm}$) puis immédia-

tement déchargé. Les demi-échantillons se sont séparés d'eux-mêmes lors du démontage, cependant précautionneux des supports. Le sciage facile du duralumin se traduit par l'absence de languettes correspondant aux copeaux de fraisage. Pour l'échantillon 58, aucune prétraction n'a précédé le sciage d'une dizaine de minutes. La même exposition au vide des surfaces d'adhésion a précédé une compression jusqu'à 47 kgf/mm^2 où la contraction globale était de 2,40mm (soit 10%). Après décharge et sortie de l'enceinte on ne note plus de discontinuité géométrique au niveau de la section sciée (planche VI). Une coupe longitudinale de la zone interfaciale (planche XXIX) montre que l'adhésion s'est établie sur toute l'aire apparente de contact sans microvide visible au microscope et que la bande perturbée par le sciage est inférieure à 5μ . Les grains révélés se retrouvent presque exactement après compression dans leur position avant sciage. Le durcissement dû à la prétraction et la déformation assez peu importante en compression (l'effet Bauschinger n'a pu jouer dans la couche interfaciale développée par le sciage) semblent responsables de l'absence d'adhésion sur l'échantillon 57. De son côté l'essai sur l'échantillon 58 montre que le durcissement structural du duralumin (zones de Guinier-Preston) n'est pas un obstacle intrinsèque à l'adhésion interfaciale.

Pour l'échantillon 59, en magnésium, le sciage a été effectué sous une prétraction importante (17 kgf/mm^2 , 4% de déformation). La compression en 8 minutes jusqu'à 7 kgf/mm^2 s'est achevée par un brusque glissement relatif des surfaces d'adhésion. Après un maintien sous charge de quelques minutes l'échantillon a été déchargé puis remis à l'atmosphère. Une coupe longitudinale de la zone interfaciale montre qu'il n'y a d'adhésion que sur la moitié de l'aire apparente de contact, les demi-échantillons étant décalés sur l'autre moitié par une protubérance latérale correspondant à un arrachement en fin de sciage sous traction (configuration voisine de celle de l'échantillon 55). Les grains, d'une quarantaine de μ ne sont guère allongés près de l'interface comme pourrait le laisser croire le sciage sous contrainte (planche XXIX). La bande perturbée par le sciage est très étroite et il n'a pas été observé de languettes-copeaux. Malgré les contraintes assez importantes appliquées sur l'aire effective de compression, la consolidation du métal par la traction initiale n'a pas permis par endroits l'ajustement des surfaces sciées et des cavités de quelques μ d'épaisseur sont allongées sur 1 ou 2/10 de mm entre des plages où il est difficile de distinguer le joint d'adhésion.

L'échantillon d'argent 61 de son côté, a été scié en 2 reprises de 15 minutes sans prétraction. L'exposition des surfaces d'adhésion après sciage a été de l'ordre de quelques 10^{-5} torr.s. A suivi une compression sous environ 25 kgf/mm^2 (contraction globale de 1,60mm soit environ 12%) maintenue 5 minutes. Après décharge et remise à l'atmosphère, les petites languettes-copeaux (planche VI) laissaient prévoir une bande perturbée par le sciage assez épaisse. L'examen de coupes longitu-

dinales (planche XXVIII) a montré que l'épaisseur de cette bande pouvait varier de 1μ au centre de la section à 70μ sur le bord d'échappée des copeaux. Aux endroits où la bande de sciage est très épaisse, la taille du grain est vraisemblablement extrêmement fine et les empreintes de microdureté (charge 10g) indiquent une consolidation, à peu près homogène sur l'épaisseur de la bande, mais beaucoup plus forte que dans les zones riveraines. Au centre de la section (planche XXII et XXVIII) la microdureté semble plus graduelle et liée aux contraintes interfaciales sur une trentaine de μ de part et d'autre de la surface d'adhésion. La bande produite par le sciage est évidemment une zone privilégiée pour la propagation de fissures intergranulaires de décohesion, d'autant que l'adsorption gazeuse doit y être assez importante. Au cours d'une série d'essais sur le même échantillon le tracé de la surface de rupture doit d'ailleurs se déplacer au sein de cette bande. Les parois de la bande, où la taille du grain évolue rapidement constituent également, des surfaces particulièrement fragiles.

Nous montrerons plus loin (échantillon 70) que des contraintes et des déformations en compression beaucoup plus faibles suffisent à donner lieu à des forces de décohesion notables (coefficient d'adhésion de 0,65) peu sensibles au durcissement résultant des essais antérieurs.

L'échantillon 63 en *laiton* (initialement 38% de zinc) a été dézincifié superficiellement sur une profondeur inférieure au millimètre. Une compression sous 15 kgf/mm^2 (contraction globale 0,89mm) maintenue une demi-heure n'a donné lieu à aucune adhésion après l'exposition en fin de sciage d'environ 10^{-4} torr.s des surfaces d'adhésion au vide de l'enceinte (forte remontée du vide pendant le sciage du fait de la désorption de la zone superficielle poreuse). La déformation superficielle relativement faible du coeur en *laiton* n'a pu réduire l'effet de la contamination interfaciale.

L'adhésion de tous les essais précédents est conditionnée par le comportement de la bande quasi-anorphe, produite par le sciage. Il était donc logique d'étudier le comportement de films sublimés sur les surfaces d'adhésion.

2) Essais avec sublimation de titane.

Après un étuvage d'une vingtaine d'heures à 200°C , les échantillons correspondants ont été sciés sous ultra-vide en une dizaine de minutes. Les demi-échantillons sont alors séparés d'une dizaine de millimètres et le filament, situé à environ 1cm sous les surfaces d'adhésion est porté à sublimation du titane pendant 3 minutes (7mn en 70-4); le vide remonte au maximum jusqu'à 5.10^{-7} torr. Après arrêt du sublimateur le vide de l'enceinte descend assez rapidement et les demi-échantillons sont comprimés en 5 à 10 minutes. Après un temps sous charge déterminé, l'échantillon est soit déchargé et démonté délicatement de ses supports, soit testé en décohesion sous ultra-vide (échantillon 70).

On peut schématiser ainsi les expériences en désignant par :

- E l'exposition, en torr.s, entre le sciage et la compression
 σ_c la contrainte de compression maximum en kgf/mm^2
 t_c le temps sous cette charge en mn
 Δl la contraction sous charge en mm
 F_a la force de décohésion en kgf

Echantillon et essai	Métal et pureté	E	σ_c	t_c	Δl	F_a
60	Aluminium 99,99 (gros grains)	$2 \cdot 10^{-5}$	5,5	30	3,70 (30%)	bonne sur l'aire de contact apparente
62	idem	$5 \cdot 10^{-6}$	3	~ 0	1 (<10%)	
64	idem recristallisé	$5 \cdot 10^{-5}$	2	~ 5	1 (<10%)	
66	Aluminium 99,995 monocristallin	$5 \cdot 10^{-5}$	1,8	2	1,60 (13%)	aucune
70.1	Argent 99,99	$5 \cdot 10^{-5}$	7	~ 0	0,50 (3%)	124 (4,5kgf/mm ³)
2	pas de sublimation	$5 \cdot 10^{-7}$	8	15	0,34 (2%)	142
3		$5 \cdot 10^{-7}$	8	600	0,11 (<1%)	142
4		$2 \cdot 10^{-4}$	10	0	0,63 (5%)	138
5	pas de sublimation	10^{-7}	11	60	0,22 (1%)	152
6		$5 \cdot 10^{-8}$	15	3000	1,38 (10%)	247 (8kgf/mm ²)
7		$5 \cdot 10^{-4}$	18	1500	0,84 (7%)	237

Dès l'échantillon 60 (planche VI) nous avons réalisé une coupe longitudinale de la zone d'adhésion. Le polissage électrolytique attaquant préférentiellement le titane interfacial (planche XXXI) nous avons effectué un nouveau polissage mécanique au diamant juste suffisant pour rattraper la profondeur de l'attaque et examiné la coupe à la microsonde électronique. Nous avons cherché à détecter le titane pour une tension d'accélération des électrons assez forte (30 000 V) afin que la profondeur de pénétration du pinceau ($\sim 5\mu$) soit supérieure au film superficiel d'aluminium susceptible de recouvrir le titane après polissage. Le balayage "X" a révélé sur la portion d'interface proche du sublimateur une couche importante de titane (planche XXXI) épaisse d'environ 3 à 4μ et se prolongeant depuis le bord

de l'aire d'adhésion jusqu'à environ 1mm de profondeur. A partir de l'extrémité de cette tache il n'est plus possible de détecter l'interface par comptage du titane, soit que la couche sublimée soit masquée par le polissage, soit plus vraisemblablement que son épaisseur devienne trop faible pour la sensibilité de la microsonde. Il faut pousser le grossissement du microscope à balayage jusqu'à plusieurs milliers pour observer le long de l'interface 2 ou 3 taches de titane allongées sur quelques dizaines de microns et épaisses de quelques dixièmes de μ à 2μ . En tout état de cause apparaît la *nécessité de pouvoir contrôler ultérieurement l'uniformité et l'épaisseur de la couche sublimée*. Les essais de microdureté n'ont pas révélé de différence appréciable dans la consolidation du métal interfacial. Les figures de corrosion ont mis en évidence des sous-joints apparus pendant la compression dans certains gros grains voisins de l'interface. Celle-ci présente une bande de sciage attaquée préférentiellement dont l'épaisseur ne dépasse pas 10μ .

Les échantillons 62 (planche VI) et 64 (planche XXIX) montrent qu'une faible contrainte moyenne en compression et une faible déformation correspondante, ainsi qu'un temps sous charge insignifiant peuvent donner lieu à une adhésion saine sur toute l'aire apparente de contact malgré une exposition relativement importante des surfaces d'adhésion au vide de l'enceinte et une taille de grain très différente de celle de la bande de sciage. Ceci peut surprendre si l'on songe à la forte réactivité chimique du titane sublimé à l'interface. La planche XXXII reproduit quelques observations au microscope à balayage de l'interface attaquée par le polissage électrolytique : on peut voir que certains grains d'aluminium plus gros ont résisté à l'attaque chimique, de même que certains grains ou efflorescences plus brillants de titane. On peut penser que l'attaque s'est surtout portée sur des grains de taille encore plus petite que les précédents (de taille déjà $\neq 1\mu$). La coupe longitudinale de l'échantillon 64 (planche XXIX) montre que la bande quasi-amorphe s'est entourée de manière dissymétrique d'une zone déformée par le sciage et dont la taille des grains assure en partie, la transition avec celle très importante des grains initiaux.

Le peu d'effet sur la force de décohésion d'une contamination interfaciale importante après une sublimation assez longue est particulièrement manifeste en 70-4 après une forte compression. L'essai suivant montre par l'effet du facteur temps sous charge que l'adhésion est fonction du fluage au niveau de la couche interfaciale et non plus de la contraction globale. Les essais 6 et 7 confirment l'incidence réduite d'une contamination interfaciale après sublimation de titane. L'exposition des surfaces d'adhésion en 70-7 est pourtant supérieure au "seuil de non adhésion" que nous avons déterminé pour les échantillons sans sublimation. Compte tenu de la fragilité purement mécanique provenant d'une brusque variation des caractéristiques sur une épaisseur très réduite on peut donc penser que

la couche de titane sublimée ne nuit en rien à l'adhésion intrinsèque et ne reproduit pas du tout les perturbations d'un film d'oxyde.

Après une phase de sciage et une exposition identiques, nous avons comprimé l'échantillon monocristallin 66 exactement de la même façon que 65 (tiré du même monocristal avec la même orientation cristallographique) en intercalant seulement la sublimation interfaciale. Les phases de compression et de décharge ont été en tous points identiques globalement, et cependant (contrairement à 65) les demi-échantillons se sont séparés d'eux-mêmes à la remise à l'atmosphère (planche V). L'épaisseur du film de titane était très différente sur les 2 faces d'adhésion. Nous avons observé au microscope à balayage, à différents grossissements et en différents points la face d'adhésion la plus recouverte de titane. Ces observations (planche XXXIII) confirment la non uniformité du dépôt à l'interface. En certaines zones on voit très bien de tous petits agglomérats (de l'ordre du micron) de titane (teinte plus claire), très espacés sur un fond de bandes de glissement de l'aluminium déformé. En d'autres points, l'épaisseur du titane est suffisamment importante pour masquer les bandes de glissements de l'aluminium. Des arrachements de titane, sans doute par cohésion à la face d'adhésion opposée, sont nettement visibles dans ces zones. Enfin, il a été possible d'observer des arêtes vives sur certains agglomérats de titane qui laissent penser que la taille du grain de titane peut être localement plus importante. A moins qu'il ne s'agisse, comme on peut l'observer plus nettement en d'autres points, d'une véritable empreinte des bandes de glissement de la face opposée. On conçoit dès lors tous les renseignements qu'on pourrait tirer de telles observations à condition de pouvoir contrôler l'épaisseur du film déposé et la taille de ses grains.

F - ESSAIS SOUS VIDE DE RUBANS D'ALUMINIUM.

Compte tenu de l'importance de la structure et du durcissement de la couche interfaciale mis en évidence en D et E, nous avons pensé que l'étude de l'adhésion de rubans minces serait intéressante. Pour faciliter les comparaisons, nous avons opéré exclusivement sur du ruban d'aluminium (pureté 99,995%) de 7mm de largeur, 0,2mm d'épaisseur livré en bobines par Johnson-Matthey.

1) Essais dans l'enceinte principale.

Dans un premier temps nous avons réalisé en acier inoxydable deux demi-échantillons (cf photo, planche VII) de forme voisine de ceux utilisés précédemment (diamètre 12mm). Les surfaces de contact étaient limitées par 2 pans coupés distants de 8mm et polies soigneusement au diamant. Une petite longueur de ruban était assujettie par 2 vis sur chacune des surfaces assurant ainsi une aire de con-



tact de $8 \times 7 \text{ mm}^2$. Les rubans de "l'échantillon" 46 ainsi constitué ont été fixés sans traitement préalable : leur surface présentait ainsi une rugosité artificielle constituée par de longues raies fines parallèles distantes d'environ 5μ dans la direction d'étirage du ruban. Par contre pour "l'échantillon" 47, identique, un très beau polissage électrolytique a été réalisé avant fixation.

Les 2 échantillons ont été étuvés une quinzaine d'heures à 300°C après remise sous vide et par conséquent recristallisés.

Ils ont été ensuite comprimés en quelques minutes, le 46 jusqu'à une contrainte moyenne de l'ordre de 5 kgf/mm^2 , le 47 jusque vers 25 kgf/mm^2 puis immédiatement déchargés et démontés délicatement de leurs supports.

Aucune marque d'adhésion n'a pu être observée sur les rubans non collés de l'échantillon 46. Les rubans de l'échantillon 47 se sont séparés assez facilement à la remise à l'atmosphère. Seul le pourtour de la surface d'adhésion, sur une largeur de l'ordre du millimètre, semblait marqué par la déformation. Au microscope la zone centrale de la surface d'adhésion présentait toujours le beau poli initial avec de très légères lignes de glissement sporadiques. L'absence de déformation dans un cône ayant pour base la surface d'appui (non libre de glisser) d'un échantillon soumis à la compression est en effet une caractéristique d'un tel essai. Cette non uniformité dans la distribution des contraintes est d'ailleurs d'autant plus marquée que le rapport hauteur sur diamètre est plus faible, comme c'est le cas pour nos échantillons. Nous n'espérons donc pas observer une adhésion globale mais pouvoir effectuer quelques observations métallographiques sur le pourtour déformé de l'aire de contact. Les quelques photos obtenues (planche X) montrent à gros grossissements des lignes de glissements multiples présentant fréquemment des déviations au voisinage des marques d'adhésion. Ces marques de quelques centaines de μ correspondent donc à de très fortes déformations et sont le plus souvent localisées sur les bordures en saillie de grains déboîtés sous l'effet des hétérogénéités de glissement. Après une attaque rapide à l'acide fluorhydrique dilué ~~est~~ été révélé, une taille de grain de l'ordre de 300μ et surtout des marques d'adhésion secondaires, d'une vingtaine de microns, dans des zones intragranulaires de glissement dévié.

2) Essais sur le 2ème montage expérimental.

Le deuxième montage expérimental, décrit au second chapitre, a été conçu pour mettre en évidence l'influence d'une prétraction longitudinale du ruban juste avant la compression d'adhésion du ruban sur lui-même. Nous espérons ainsi pouvoir estimer la part d'un durcissement et d'une texture de déformation initiaux, ainsi que d'une surconcentration momentanée en lacunes créés par l'écrouissage.

Les enclumes de compression permettaient une aire de contact de 20 mm^2 ou 50 mm^2 et la contrainte maximum appliquée était de 25 kgf/mm^2 .



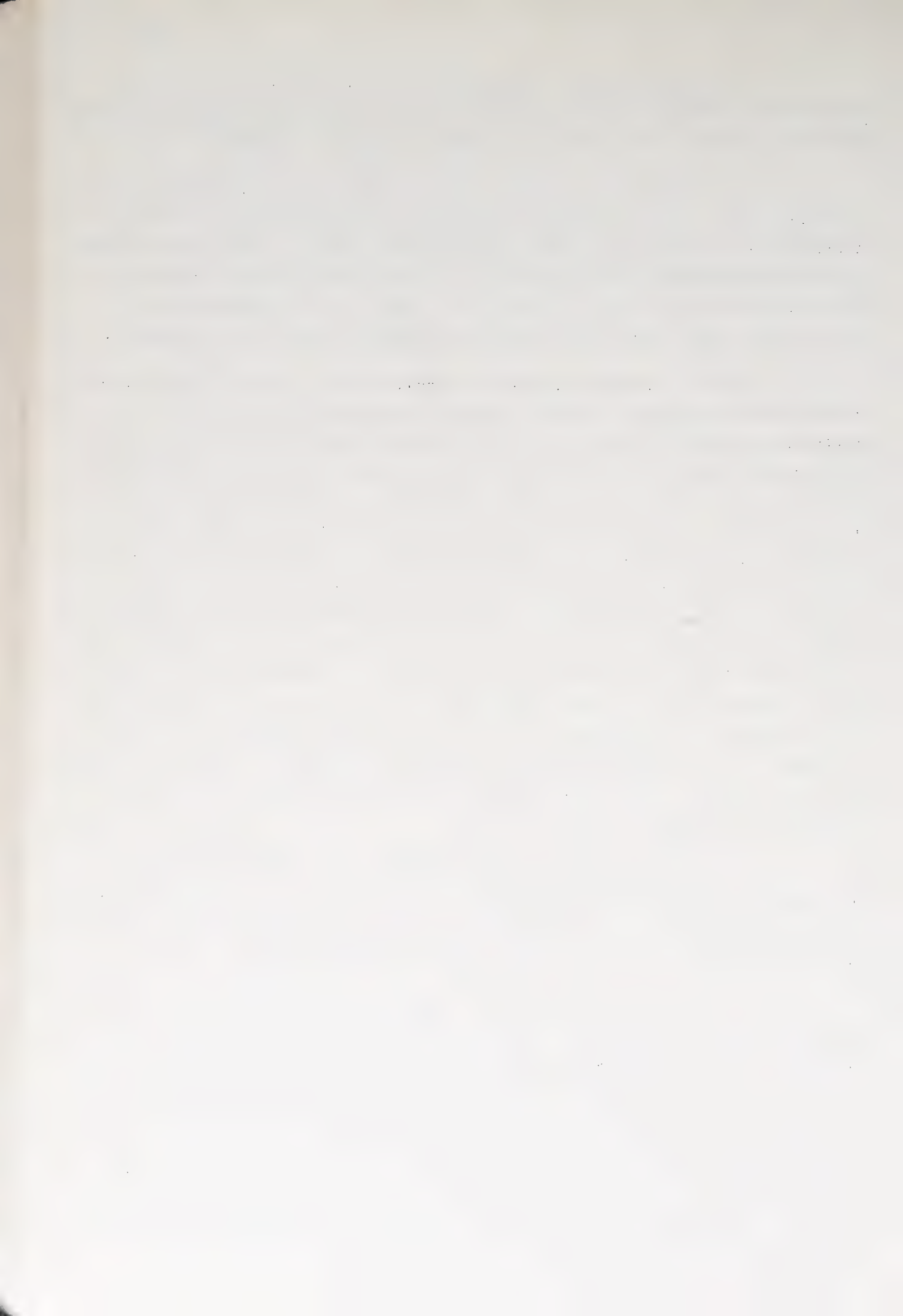
Un premier essai à l'atmosphère sur ruban non étuvé et sans pré-traction n'a donné lieu à aucune adhésion, pour une compression moyenne de 5 kgf/mm^2 maintenue 15 heures, comme pour une contrainte moyenne de 25 kgf/mm^2 .

Ont suivi une vingtaine d'essais (un par ruban) sous haut-vide (plus ou moins poussé) après un étuvage d'au moins une quinzaine d'heures à 400°C qui a recristallisé le ruban à gros grains (planche VII). Certains rubans ont été soumis à une prétraction juste avant compression : cette prétraction était arrêtée juste avant rupture pour une force de traction de 12 kgf et un allongement voisin de 10%. Le ruban était alors très rapidement déchargé et soumis à la compression.

Pour une contrainte moyenne en compression de 10 kgf/mm^2 on n'a observé aucune adhésion après une quinzaine d'heures sous charge, qu'il y ait eu ou non prétraction préalable du ruban, que les déformations aient été lentes ou rapides, et pour des niveaux de vide durant la compression aussi bas que quelques 10^{-9} torr. Par contre, pour cette même compression effectuée sous $8 \cdot 10^{-7}$ torr après prétrac-tion on a trouvé une bonne adhésion après 2 semaines sous compression. Le rôle es-sentiel de la prétraction est multiple. Elle produit un déboîtement des grains sur-perficiels et surtout (planche VII) les couvre d'un réseau complexe de bandes et de lignes de glissements multiples. Ces irrégularités superficielles localisent en compression des concentrations de contraintes importantes qui disloquent et disper-sent le film d'oxyde. Leurs imbrications mutuelles se poursuivent lors du fluage sous charge augmentant ainsi l'aire d'interaction de surfaces propres. Enfin les concen-trations locales de contraintes et de déformations s'accompagnent de la production dynamique de défauts ponctuels qui en s'éliminant rapidement sur les puits possibles (surfaces, joints, dislocations) favorisent la montée de dislocations mobiles et les processus diffusionnels interfaciaux.

De même, on obtient une bonne adhésion pour une compression de 15 kgf/mm^2 ou 20 kgf/mm^2 maintenue quelques heures sous 10^{-6} torr à condition de ne pas avoir omis la prétraction préalable : sans elle on n'observe aucune adhésion même pour des temps sous charge d'une quinzaine d'heures.

Pour une compression globale de 25 kgf/mm^2 on a observé de l'adhésion dans des conditions plus larges : avec ou sans prétraction, pour des décharges im-médiates, pour des compressions succédant à un vieillissement de 3 heures après pré-traction sous 10^{-8} torr et même pour des vides aussi médiocres que quelques 10^{-6} torr. La couche d'oxyde superficielle est donc localement rompue par les fortes compres-sions sans le secours d'une prédéformation. Il est intéressant de noter que le seuil de contrainte nécessaire en compression seule : environ $20 \cdot 25 \text{ kgf/mm}^2$ est aussi élevé que celui que nous avons trouvé pour les échantillons massiques d'aluminium étudiés en C (échantillons usinés en 2 parties et testés sous vide). Les capacités



de déformation de grains occupant toute l'épaisseur du ruban sont faibles dans cette direction du fait des frottements latéraux très importants sous vide entre les enclumes et les faces de compression du ruban.

Il est intéressant de noter que, là encore, un polissage électrolytique sérieux des rubans est plutôt défavorable à l'adhésion, dans des conditions comparables de compression évidemment.

Nous avons déterminé au voltmètre numérique la courbe de revenu à température ambiante de la résistivité du ruban écroui par une prétraction de 10%. Conformément aux résultats de Wintenberger sur fil d'aluminium polycristallin [91], on s'aperçoit que les lacunes créées par écrouissage s'éliminent exponentiellement (en $\exp(-A\sqrt{t})$) d'après cet auteur) dans les premières heures après écrouissage, mais que pratiquement, *la plus grosse partie de l'accroissement de résistivité dû aux lacunes (à peu près égal à celui dû aux dislocations) est restaurée dans les premières minutes après traction.* Comme, aux faibles compressions, nous n'avons obtenu de l'adhésion que pour des temps sous charge assez importants, on peut se demander si les lacunes résiduelles de prétraction jouent un rôle important dans l'activation de l'adhésion.

Par ailleurs, la texture de déformation développée lors de la fabrication du ruban peut favoriser certaines relations d'orientation à l'interface. On peut penser que la prétraction intervient surtout dans la rupture locale de la couche d'oxyde superficielle, liée à l'établissement du système de lignes de glissements multiples. Ces lignes localisent davantage le contact et les contraintes interfaciales lors de la compression, de même qu'elles diminuent vraisemblablement les frottements latéraux sur les enclumes. Le durcissement entraîné par cette prétraction est sans doute négligeable devant celui causé par les contraintes de compression.



INTERPRETATION GENERALE DE NOS RESULTATS.

A - DISTRIBUTION DES CONTRAINTES ET DES DEFORMATIONS A L'INTERFACE D'ADHESION.

Ce premier point est primordial puisqu'il conditionne la résorption plastique des cavités interfaciales, la rupture du film d'oxyde ou la désorption des gaz physisorbés, la concentration et la mobilité des défauts du réseau dans la zone interfaciale, plus généralement l'énergie d'activation de tous les processus interfaciaux. Compte tenu de leur topographie différente, il est nécessaire d'aborder séparément les différents types d'échantillons.

1 - Surfaces usinées à l'atmosphère.

L'aire réelle de contact de 2 surfaces planes comprimées, même après un fin polissage mécanique et électrolytique comme pour les échantillons étudiés en B et C du chapitre précédent, est très différente de l'aire apparente de contact et évidemment plus intéressante. Jusqu'à présent, l'application conjointe des théories de l'élasticité et de la plasticité n'a donné quelques résultats que par suite d'hypothèses simplificatrices. On se heurte à 3 séries de difficultés. D'abord, le contact de surfaces planes se réduit à celui de leurs irrégularités microscopiques dont il n'est pas facile d'atteindre la distribution des hauteurs et des formes. La microgéométrie des surfaces évolue d'ailleurs en cours de compression (lignes de glissement cristallographique). Ensuite, les interactions de contact sont de type élastoplastique ou élastovisqueux en ce sens que l'aire des premières zones élémentaires de contact ne supporte pas toute la charge mais qu'il y a une redistribution de la pression sur d'autres aspérités microscopiques et sur la surface sous jacente. Enfin, les propriétés physico-mécaniques des couches superficielles des métaux sont peu connues. Elles diffèrent des propriétés massiques (relaxation du paramètre cristallin des 2 ou 3 premières couches, énergies de formation et de migration des défauts, etc) tant dans le domaine élastique que dans le domaine plastique.

a) Modèles de contacts de surfaces.

Dans un mémoire de D'YACHENKO et al [92], on trouve un exposé des principaux travaux sur la *détermination de la surface réelle de contact* en l'absence de frottement mutuel entre la surface étudiée (sur laquelle arbitrairement on peut rapporter toute la microrugosité) et une surface opposée parfaitement élastique ou rigide. On doit faire des hypothèses non seulement sur la localisation mais aussi sur la forme et la taille des aires élémentaires de contact.



α) Contacts purement élastiques.

L'analyse classique de HERTZ {38} précise les conditions du contact élastique élémentaire de 2 surfaces sur une aire supposée *circulaire*. On trouve pour rayon de celle-ci :

$$a = \left[\frac{3P(k_1 + k_2)}{2(C_{11} + C_{12} + C_{21} + C_{22})} \right]^{1/3}$$

et pour valeur du "rapprochement" des 2 surfaces $d = \frac{3P(k_1 + k_2)}{4a}$

où $\left\{ \begin{array}{l} P \text{ est la charge de compression, } k_i = (1 - \nu_i^2)/E_i \text{ avec } E_i \text{ module élastique,} \\ \nu_i \text{ module de Poisson} \\ C_{i1} \text{ et } C_{i2} \text{ courbures des sections normales principales de la surface } i \text{ au point considéré.} \end{array} \right.$

Des calculs assez compliqués permettent de calculer la contrainte en tout point et de déterminer ainsi ceux où la différence des contraintes principales est maximum. L'apparition du fluage plastique en ces derniers points correspond à des charges P très faibles si elles sont rapportées à l'aire apparente de contact: nous en donnerons un peu plus loin une idée en étudiant le contact d'une sphère dure et d'un plan lisse.

L'analyse élastique permet également d'atteindre la largeur de contact élémentaire de 2 surfaces cylindriques de courbure respective C_1 et C_2 pour un *con-*

tact initial suivant une ligne : $b = \left[\frac{P(k_1 + k_2)}{C_1 + C_2} \right]^{1/2}$ et le rapprochement cor-

respondant des 2 surfaces : $d = \frac{1}{4} (k_1 + k_2) P (1 - 2 \ln \frac{b}{4})$, avec le cas particulier du

cylindre sur un plan où $b = \sqrt{PR_1(k_1 + k_2)}$.

Ce cas peut intéresser le premier contact de bandes de glissement développées sur des portions de surface par déformation plastique de zones voisines plus déformées (dans la mesure évidemment où on peut assimiler ces bandes de largeur $2R$ à des surfaces cylindriques de rayon R). On peut également envisager l'écrasement élastique de bandes de glissement sur les surfaces opposées en les assimilant à la compression de 2 cylindres perpendiculaires de rayon R_1 et R_2 . Le demi grand axe de l'ellipse de contact :

$$a = \left[\frac{1}{\pi} \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) P \right]^{1/3}$$



dépend de l'excentricité par l'intermédiaire de la fonction $f\left(\frac{R_1}{R_2}\right)$. Malheureusement la distribution des bandes de glissement évolue et n'est guère accessible. De plus, les charges P sur les aspérités élémentaires ne sont pas une fonction simple de la force de compression globale.

Le problème de la répartition des contraintes au niveau des aspérités de contact même comprimées dans le seul domaine élastique est complexe et suppose de nombreuses hypothèses simplificatrices. L.A. GALIN (cf {92}) s'est intéressé à la pression exercée par un tampon indéformable sur un demi-espace élastique pour une distribution de charge $\phi(x,y)$ sans prendre en considération la force de frottement. Pour un tampon dont la surface $z = f(x,y)$ a une projection circulaire de rayon a il a trouvé dans un premier temps que la charge normale appliquée P est liée au déplacement d du tampon par une relation simple où le produit $a \cdot d$ est proportionnel à kP (avec $k = (1 - \nu^2)/E$).

Les expressions mathématiques auxquelles parvient l'auteur dans le cas déjà simplifié où le tampon est une surface de révolution $z=f(r)$ ne sont exploitables que dans des cas particuliers. Par exemple, si le tampon a la forme d'un paraboloïde de révolution $z = Ar^2$, il vient :

$$P = 8A a^3/3k, \quad d = 2A a^2, \quad p(r) = \frac{4A}{\pi k} \sqrt{a^2 - r^2}$$

Cette distribution de pression $p(r)$ pourrait représenter une approximation du contact d'une aspérité écrouie peu comprimée sur une plage à faible courbure de la surface opposée.

Ya. SHTAERMAN a considéré le cas plus général de 2 corps élastiques limités chacun par une surface de révolution $z=z_1(r)$ et $z=z_2(r)$. Le contact initial des surfaces en un point redonne les équations de Hertz en développant localement en série z_1, z_2 ou $z_1+z_2 = A(x^2 + y^2)$:

$$a = \left[\frac{3P (k_1+k_2)}{4 A} \right]^{1/3} \quad d = 2A a^2 \quad \text{et la distribution de pression sur l'aire de contact } p(r) = \frac{3}{2} \frac{P}{\pi a^2} \sqrt{1 - \frac{r^2}{a^2}} \quad \text{qui varie comme la précédente en } \sqrt{1 - r^2/a^2}.$$

La détermination de l'aire effective de contact entre surfaces couvertes d'aspérités suppose un modèle schématisant sous des formes identiques des irrégularités microscopiques de surface qui sont en fait bien différentes : sphères, bâtonnets, cônes, ellipsoïdes ...



En schématisant la rugosité superficielle par des demi-sphères de rayon identique plus ou moins localement denses, et en supposant le contact purement élastique ZHURALEV a montré que l'aire réelle de contact entre 2 surfaces identiques varie en $\left(\frac{P}{E}\right)^{10/11}$ donc sensiblement en $\frac{P}{E}$.

En imaginant les contacts élémentaires comme un ensemble de bâtonnets infiniment fins et de longueur finie qui ont une certaine probabilité de se recouper, KRAGEL'SKII a de son côté trouvé que l'aire effective de contact dans le domaine élastique varie en $S^{1/3} \left(\frac{P}{E}\right)^{2/3}$. Ce modèle peut particulièrement s'appliquer aux zones peu comprimées présentant des lignes de glissement. On voit que dans ces zones l'aire effective ne varierait qu'avec la racine cubique de l'aire apparente S . Retenons seulement que l'aire effective de contact varie assez lentement avec l'aire apparente car d'autres auteurs ont trouvé des lois de variation complètement différentes.

β) Domaine élasto-plastique.

Dans le domaine élasto plastique, plus proche de la réalité, les formules proposées pour l'aire effective de contact sont encore plus divergentes. En assimilant les irrégularités microscopiques à des pyramides tronquées et en déterminant leur probabilité de contact, IL'CHENKO obtient pour des surfaces de même fini l'aire effective de contact : $(10^{-4} k (12,54 + 3,08 H_m) p^m)$, où H_m est la moyenne arithmétique des hauteurs d'aspérité, δ la contraction relative en %, p la pression en kgf/cm^2 affectée d'un exposant m déterminé expérimentalement. En fait, la proportionnalité avec H_m n'est pas évidente puisqu'il a été établi que les surfaces plus lisses donnent lieu à de plus fortes aires de contact.

En tenant compte de la rugosité et des ondulations des 2 surfaces en contact élasto plastique KRAGEL'SKII a proposé pour l'aire effective de contact une formule de la forme

$$S_{\text{eff}} = \frac{P}{C\sigma_c} + D \cdot \epsilon \cdot k^{1/3} \cdot S^{1/6} \cdot P^{5/6}$$

où C et D sont des constantes, σ_e la limite élastique du métal, ϵ le rapprochement relatif des surfaces, $k = (1 - \nu_e^2)/E$, S l'aire apparente de contact.

Une analyse assez voisine de DEMKIN a montré que d'une part $S_{\text{eff}}/S^\alpha (d/H_{\text{max}})^n$ (où d est le rapprochement des surfaces, H_{max} la hauteur maximum des aspérités, n un coefficient empirique) et que d'autre part, l'aire effective pouvait être représentée par 2 termes : $\frac{P}{C\sigma_c}$ comme précédemment, plus un terme assez compliqué faisant intervenir la limite élastique la charge et variant en k^2/H_{max} .



JOSHIMOTO, de son côté, s'est basé sur la distribution des irrégularités de surface en fonction de leur hauteur et a supposé que le contact était le résultat de la déformation plastique des projections de contact des aspérités. Il trouve ainsi pour l'aire effective de contact : $\frac{P}{q_m}$ où q_m est la charge supportée par un seul contact élémentaire.

Les études précédentes attribuent donc une très grande importance à la déformation plastique des aspérités. Les résultats de BOWDEN et TABOR {1} favorisent également ce type de déformation.

Ces auteurs ont considéré le cas idéal d'une *aspérité hémisphérique* de rayon R supposée lisse comprimée sur la surface localement plane d'un métal plus mou. D'après l'analyse de Hertz le rayon de contact (dans le domaine élastique) vaut $a = 1,1 \left(\frac{PR}{2} \left(\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} \right) \right)^{1/3}$. Dans ce domaine de déformation réversible l'aire effective de contact qui croît en $P^{2/3}$ varie plus vite que la pression moyenne p_m laquelle croît seulement en $P^{1/3}$. Lorsque la charge P est accrue il arrive un moment où la déformation plastique est atteinte au point critique situé par Hertz à $\frac{a}{2}$ sous le centre du cercle de contact. A cet instant et en ce point $p_m = 1,1 \sigma_e$ où σ_e est la limite élastique du métal le plus mou. Si la charge est encore accrue, la région déformée plastiquement croît rapidement autour du point critique précédent et l'aire effective de contact, comme la pression moyenne évoluent de façon différente de celles du domaine élastique. A partir d'une certaine charge tout le métal autour de la surface de contact flue plastiquement. A ce stade $p_m = C \sigma_e$ (où $C \approx 3$), et si la charge est de nouveau augmentée p_m conserve à peu près cette valeur tant que l'aire déformée n'est pas trop importante devant la taille de l'échantillon et que l'on peut négliger l'influence du durcissement sur σ_e . Ces conditions sont réalisées si l'on écroute fortement au préalable la surface étudiée. La courbe de variation de p_m avec la charge appliquée a alors l'allure représentée sur la figure 2. L'expérience montre que p_m croît moins vite avec P à partir du seuil de plasticité L et que la déformation entièrement plastique n'est atteinte en M pour P_M de l'ordre de 100 à 200 P_L .

On peut évaluer P_L correspondant à $p_m = 1,1 \sigma_e$. La formule de Hertz précédemment mentionnée conduit à $P_L = 17,5 \sigma_e^3 R^2 \left(\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} \right)^2$. Si nous imaginons une aspérité hémisphérique idéale suffisamment écroutie pour ne pas être déformée lors de sa compression sur une surface non écroutie du même métal et en prenant $E_1 \approx E_2 \approx 10500 \text{ kg/mm}^2$, $\sigma_e \approx 20 \text{ kgf/mm}^2$ (cas voisin du cuivre) on obtient pour valeur de P_L environ 5 kgf pour une aspérité de rayon de courbure 1mm (valeur sûrement supérieure à la réalité) et $P_L \approx 5 \text{ mg}$ pour une aspérité de 1μ de rayon de courbure. Ainsi, lors de la compression de nos échantillons usinés à l'atmosphère, on peut affirmer que si nous ne tenons pas compte du film superficiel (oxyde, polissa-



ge mécanique ou électrolytique) le métal des aspérités atteint rapidement le stade de déformation plastique où la pression moyenne sur ces aires élémentaires se fixe à peu près à $3 \sigma_e$. Toutefois le film superficiel, plus dur, uniformise la répartition des contraintes et freine la déformation plastique des aspérités par blocage des sources superficielles de dislocations et limitation de la vitesse de sortie de celles-ci (création d'empilements). Seules les aspérités dont le rayon de courbure est supérieur à l'épaisseur du film superficiel (quelques dizaines d'Å à quelques μ) sont susceptibles d'être plastiquement déformées dans les premiers stades de la compression. On conçoit en particulier que le polissage électrolytique, qui peut éliminer les aspérités jusqu'à une entaille inférieure au micron, réduise les concentrations locales de déformation plastique susceptibles de disloquer la couche d'oxyde superficielle et par suite diminue les chances d'adhésion.

Remarquons que si les aspérités de contact ne sont pas plus dures que la surface où elles s'impriment, elles se déforment elles-mêmes et les mêmes considérations doivent intervenir qualitativement. Pour une aspérité rigide ayant la forme d'un solide de révolution qui pénètre sans frottement perpendiculairement à une surface déformée plastiquement on a remarqué que la pression à la surface de l'aspérité peut être exprimée avec une précision suffisante par une fonction linéaire de la pénétration du point considéré. Cette répartition inhomogène de la pression locale va créer une consolidation inhomogène du métal. On montre expérimentalement (BOWDEN {1}) que la pression moyenne à la surface de l'aspérité peut être rattachée à la limite élastique σ_b au bord de la marque de pénétration par la relation $p_m = C \sigma_b$ ($2,7 < C < 3$) et que la déformation relative sur le bord de la marque de pénétration est de l'ordre de $20 \cdot \frac{a}{R}$. Il est ainsi possible à partir de cette déformation caractéristique de déterminer σ_b donc p_m sur une courbe classique contrainte-déformation. Si on admet pour cette dernière une relation du type $\sigma = k \epsilon^{1/2}$ il vient $p_m = k' \left(\frac{a}{R} \right)^{1/2}$ et l'aire de contact varie en $P^{4/5}$. En fait, plus le taux de durcissement est important, plus on se rapproche d'une variation linéaire de A avec P. On trouve des relations identiques pour une aspérité hémisphérique comprimée sur une surface plus dure ou pour 2 hémisphères du même métal comprimées l'une sur l'autre : pourvu que la région déformée ne soit pas trop grande devant les dimensions des surfaces, l'aire de contact varie en $P^{4/5}$ pour un métal recuit, en P pour un métal sévèrement écroui.

Si nous considérons maintenant des aspérités de forme conique ou pyramidale la déformation atteint rapidement le stade de plasticité complète autour de leur sommet et on retrouve $p_m = C \sigma_e$ avec une constante C qui varie avec l'angle au sommet de l'aspérité α . Pour des demi-angles au sommet variant entre 60 et 90° sur du cuivre très écroui, C décroît de 3,6 à 2,9 donc reste voisin de 3. Par contre, pour des aspérités plus pointues C croît assez vite. De plus, le taux d'écrouissage produit est d'autant plus important que l'aspérité conique est plus pointue. Des considérations identiques valent pour une aspérité conique ou pyramidale d'un métal



mou comprimé sur une surface plus dure mais cette fois p_m décroît avec le demi-angle α ($\alpha=0$ correspond au cas du cylindre pour lequel $p_m = \sigma_e$). On trouve encore que pour $60^\circ < \alpha < 90^\circ$ on a sensiblement $p_m = 2,7 \sigma_e$. On peut donc s'attendre à ce que dans la plupart des cas pratiques de rugosité (tournage, polissage mécanique peu poussé) et pour des films d'oxyde assez fins *la surface effective de contact soit à peu près proportionnelle à la charge appliquée* $S_{eff} = P/p_m$, où p_m est la pression moyenne s'exerçant sur une aspérité).

Considérons par exemple un de nos échantillons en cuivre, peu poli et peu oxydé et imaginons l'existence d'un défaut de planéité avec un rayon de courbure de l'ordre de 10cm recouvert de fines aspérités ayant un rayon de courbure voisin de 10 μ . Le calcul grossier présenté précédemment montre que le seuil de plasticité est atteint localement sous la surface opposée proportionnellement au carré du rayon de courbure : quelques mg appliqués sur une microaspérité y suffisent alors que globalement il faudrait presque une centaine de kgf pour que la plasticité débute sous l'ondulation de planéité. Ainsi, dans les hypothèses précédentes lorsque la charge P est portée progressivement jusque vers une cinquantaine de kgf, l'aire des aspérités superficielles (aire effective de contact) sur lesquelles intervient le fluage plastique croît proportionnellement à la charge alors que l'aire apparente de contact, correspondant à une déformation macroscopique encore essentiellement élastique, croît en $P^{2/3}$. Au-delà intervient la déformation plastique globale qui modifie elle-même la planéité superficielle, en particulier en produisant un certain déboîtement des gros grains superficiels. Ce n'est que pour des forces de compression environ 100 fois supérieures à celle correspondant au seuil de plasticité globale qu'intervient la déformation plastique complète de l'échantillon, la pression moyenne sur l'aire apparente de contact mesurant la limite élastique massique en compression du métal. *La répartition des contraintes et des déformations dans la zone de contact est donc absolument irreproductible d'un essai à l'autre sur un même échantillon, encore moins d'un échantillon à l'autre. Même si la géométrie des échantillons est identique, il est en effet difficile de contrôler précisément la distribution des microaspérités et des ondulations de planéité; de surcroît, en opérant sur des échantillons à gros grains (pour faciliter les observations métallographiques) il est impossible de prévoir les hétérogénéités de déformation résultant des orientations relatives des grains, donc l'évolution des ondulations de surface (déchaussements) et des perturbations du microrelief (lignes de glissement) en cours de compression.*



γ) Relaxation élastique superficielle

Envisageons maintenant la décharge d'un échantillon.

Reprenons d'abord le cas simple d'une demi-sphère de rayon R pénétrant dans un métal plus tendre. Une charge P produit une empreinte de diamètre $2a$ dans le domaine plastique. Supposons qu'il n'y ait pas d'adhésion possible et que l'on décharge la demi-sphère. HERTZ a montré qu'à tout moment de la décharge il y a relaxation élastique de l'ensemble des contraintes superficielles et que l'aire de contact est donnée par les équations élastiques. En fin de décharge la différence de courbure des 2 surfaces est $\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} = \frac{11 P}{2E (2a)^3}$. Si on recharge la demi-

sphère sous P , on se retrouve en fin d'opération dans les mêmes conditions qu'à la fin de la première charge. La surface de l'empreinte s'est déformée élastiquement à la seconde compression jusqu'à ce que la charge P soit atteinte : à ce moment le diamètre de l'empreinte est $2a$ et la déformation élastique cesse au profit d'un nouvel accroissement plastique de l'aire de contact.

Lorsque l'on considère 2 surfaces en contact sur plusieurs aspérités élémentaires, la situation se complique un peu : par suite de la modification de la topographie superficielle lors de la première compression il est impossible de recharger identiquement les échantillons donc d'éviter certains cisaillements locaux supplémentaires. Néanmoins, les conclusions précédentes restent globalement valables.

Si les jonctions métalliques d'adhésion ne sont pas rompues par la relaxation des contraintes élastiques l'aire de contact restera évidemment en cours de décharge assez voisine de celle en fin de compression. Par contre, si un film contaminant rend les liaisons d'adhésion fragiles, l'énergie élastique interfaciale rompt rapidement ces liaisons et le comportement à la décharge comme à la seconde compression reste élastique. Entre ces cas extrêmes se situe le cas usuel de surfaces où une partie des liaisons élémentaires d'adhésion, (en certaines zones favorablement déformées), sont suffisamment ductiles pour résister plus ou moins longtemps à la relaxation élastique macroscopique. Rappelons le critère de résistance des jonctions d'adhésion proposé par BOWDEN et ROWE [7c]. Ces auteurs ont assimilé une zone d'adhésion à l'interface d'une sphère comprimée initialement sur une surface plane, le contact s'effectuant alors sur une série de microaspérités superficielles où ils supposent l'adhésion métallique parfaitement établie. Du fait de la relaxation des contraintes élastiques à la décharge, le contour de la zone de contact tend à se déformer sous l'effet des tensions périphériques particulièrement élevées. Les jonctions élémentaires périphériques vont donc être arrachées si elles ne sont pas suffisamment ductiles pour accommoder la différence de courbure

$$\left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} = \frac{11 P}{2E (2a)^3} \right) \text{ du profil macroscopique des surfaces déchargées.}$$



Si r est la distance radiale à partir du centre de l'empreinte,

$$z = \frac{r^2}{2} \left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2} \right)$$
 le rapprochement des profils macroscopiques, il vient $z \sim \frac{3Pr^2}{E(2a)^3}$.

Bowden et Rowe ont alors supposé qu'une aspérité ne pouvait en moyenne supporter sans se rompre qu'un allongement inférieur à z_m de l'ordre de 100 Å. Ainsi, il y aurait un rayon critique $r_c \sim [E(2a)^3 z_m / 3P]^{1/2}$ et toutes les jonctions d'adhésion de rayon $r > r_c$ seraient rompues. Les considérations précédentes ne sont valables qu'aux faibles charges et ne représentent qu'une schématisation extrême du comportement des liaisons élémentaires. Il précise néanmoins *l'intérêt d'une rugosité superficielle prononcée à l'échelle microscopique* (faibles valeurs de r). Aux charges plus élevées et pour les échantillons à gros grains il faut tenir compte de l'évolution de la déformation du métal sous-jacent, les marches de glissement se formant à l'interface ayant une hauteur supérieure à z_m . Comme nous l'avons déjà vu, la pression n'est pas uniforme sur l'aire de contact et le taux de consolidation du métal très inhomogène. De plus le modèle ne tient aucun compte des ondulations de planéité. Celles-ci ont pour effet de répartir préférentiellement la charge et l'adhésion sur certaines zones (cf photos des échantillons du §III-C) et de donner lieu à des cisaillements tant en compression qu'en traction. Le modèle ne tient également aucun compte de la fragilisation géométrique des aspérités d'adhésion ou de la fragilité résultant des films d'oxyde ou des molécules adsorbées, mais il met en lumière *l'importance de la ductilité des jonctions élémentaires*, laquelle est très différente de la ductilité massique. La très bonne adhésion observée sur l'échantillon n°38 après quelques heures de fluage à une température supérieure à 200° est vraisemblablement liée tant à la déformation superficielle accrue qu'à une amélioration de la ductilité interfaciale par recristallisation.

Il est évident que les jonctions élémentaires étirées plastiquement avant rupture lors de la décharge modifient substantiellement la microtopographie des surfaces d'un essai à l'autre, même en l'absence d'adhésion macroscopique.

a) Influence de la structure superficielle sur les modèles de contact.

La structure superficielle d'un métal poli est assez hétérogène. Si l'on ne prolonge pas le polissage au diamant par un polissage électrolytique on trouve successivement sur une coupe : une couche d'oxyde de 100 à 1000 Å, la couche polie de Bailby (à grains extrêmement fins) de quelques dixièmes de μ , une couche à déformation sévère de 1 à 2 μ , une couche à déformation moins importante de 10 à 50 μ au maximum. Lees a montré à l'aide de la diffraction électronique, qu'il existe sous la fine couche désorientée à la surface de cuivre poli une région, épaisse de 150 à 500 Å selon le mode de polissage, où les plans cristallographiques $\{110\}$ sont à peu près parallèles à la surface.



Le polissage électrolytique supprime en général les 3 premières couches et les remplace par un film superficiel oxydé de quelques dizaines d'Angströms. Pour certains échantillons (n°35 par exemple) où le fini mécanique du tour n'a été suivi d'aucune attaque électrolytique on peut avoir une certaine orientation préférentielle dans les couches les plus proches de la surface.

La structure et le durcissement hétérogène des couches sous-jacentes aux microaspérités de surface jouent un rôle important dans le modèle de contact de 2 surfaces proposé par D'YACHENKO et al. [92]. Ces auteurs assimilent les microaspérités à des cônes de rayon de base r , de demi-angle au sommet γ et dont la hauteur H correspond à la loi de distribution $f(H) = CH^2 \exp - H^2 / \alpha^2$. Une des surfaces est supposée parfaitement lisse. L'aire de contact est constituée par les pointes écrasées plastiquement des microaspérités. Néanmoins, du fait du polissage, les microaspérités sont écrasées et plus dures que le métal sous-jacent. Ainsi, lors de la compression il y a simultanément écrasement des pointes et enfoncement élastique des bases des cônes élémentaires jusqu'à une profondeur qui dépend de la structure superficielle. DEMKIN, puis AINBINDER ont vérifié expérimentalement que lors du rapprochement de 2 surfaces la croissance des premières zones élémentaires de contact est négligeable et que l'accroissement de l'aire totale est dû à la mise en contact de nouvelles irrégularités microscopiques. Au début de la mise en compression, les contraintes élastiques qui se développent dans le métal sous-jacent modifient la hauteur des irrégularités superficielles et contrôlent le nombre des aspérités de contact dont seul le sommet est plastiquement déformé. Dans le modèle de D'YACHENKO on trouve que la déformation élastique du métal sous-jacent est négligeable si E est très grand ou si $\gamma < 45^\circ$ (aspérités très pointues): la déformation totale, purement plastique, des microaspérités en contact ne dépendrait alors pas de leur nombre. Au contraire, pour des surfaces polies où γ est de l'ordre de $70-85^\circ$, l'aire effective de contact dépend du nombre de points de contacts et par suite des contraintes élastiques développées dans le métal sous-jacent. Dans ce dernier cas, et pour des compressions pas trop fortes, on peut montrer expérimentalement que l'aire de contact d'une aspérité élémentaire ne dépend que faiblement de la charge appliquée: l'aire effective de contact croît d'abord rapidement avec la charge, puis d'une façon plus ou moins atténuée suivant la microgéométrie superficielle jusqu'à une limite correspondant au contact de toutes les aspérités interfaciales. On retrouve expérimentalement que l'aire de contact pour une charge déterminée dépend de la hauteur des aspérités, de leur espacement, de leur angle au sommet. Elle est notamment proportionnelle au rapprochement des 2 surfaces et la déformation plastique est prédominante pour les irrégularités microscopiques espacées.

Ce dernier modèle s'applique aux premiers stades de compression de nos échantillons usinés en 2 parties et soigneusement polis. Lorsque la compression se poursuit la déformation plastique gagne le métal sous-jacent à partir des zones élémentaires de contact. Les photos des surfaces des échantillons n°27, 47 et 56, à gros grains, montrent que ces derniers se dénivellent en modifiant ainsi fortement le profil moyen de la surface en cours de compression. Certains pourtours de grain sont particulièrement déformés tandis que la partie centrale en retrait d'autres grains présente des bandes de glissement qui ne semblent pas avoir été écrasées par la compression. Sur les grains en vis-à-vis ces bandes de glissement ont une probabilité infime d'être parallèles. Les points d'intersection constituent donc éventuellement des zones élémentaires de contact plastiquement déformées que l'on peut assimiler grossièrement à l'intersection de 2 surfaces cylindriques. Les mêmes considérations valent pour des lignes de glissement isolées correspondant à des marches superficielles beaucoup plus fines. Les joints de grain ont également une probabilité très faible de coïncider de part et d'autre de l'interface. Les pourtours de grains très dénivelés d'une surface vont donc s'imprimer sur les bandes de glissement de la surface opposée. On expliquerait ainsi qu'après décohéssion des marques élémentaires d'adhésion soient visibles sur certains pourtours de grain très marqués par la compression (glissements déviés). On imagine fort bien que des poches gazeuses puissent être ainsi isolées à l'interface. Dans un vide peu poussé, la pression interne de ces poches s'opposerait à leur résorption complète lorsque la compression est prolongée.

b) Lignes et bandes de glissement.

Elles correspondent aux petites marches de 50 à 1000 distances atomiques créées par l'arrivée des dislocations en surface. L'aspect de ces lignes peut dépendre de l'état de surface préalable. BROWN et HONEYCOMBE {93} ont montré par exemple que les lignes qui se développent dans les premiers stades de la déformation de monocristaux d'aluminium dépendent de la nature du polissage : le polissage mécanique entraîne l'apparition de bandes de glissement assez épaisses alors que le polissage électrolytique seul donne lieu à des lignes de glissement fines. La couche d'oxyde superficielle peut empêcher certains glissements de déboucher à la surface. Nous y reviendrons un peu plus loin. Les glissements superficiels sont plus faciles à observer sur monocristaux ou polycristaux à gros grains.

a) Rappels sur les conditions de glissement des monocristaux cubiques à faces centrées.

Conformément aux conditions de glissement dans les directions cristallographiques et sur les plans atomiques les plus denses, les 12 systèmes de glissement susceptibles d'intervenir dans les déformations à température ambiante d'un cristal cubique-à-faces-centrées sont du type $\{111\} - [\bar{1}10]$. Rappelons brièvement que dans le cas simple d'une traction uniaxiale ou la cisssion créant le glissement sur un système donné, (tel que la direction de traction fait l'angle χ avec le plan de glissement et l'angle λ avec la direction de glissement) est $\tau = \sigma \sin \chi \cos \lambda$. Le premier système de glissement qui opère est celui pour lequel $\sin \chi \cos \lambda$ est maximal (valeurs extrêmes 0,25-0,50). Le glissement n'est pas une déformation pure : il comporte une rotation telle que la direction de glissement ait tendance à se rapprocher de l'axe de traction (diminution de χ et λ). On voit aisément sur le triangle standard de projection stéréographique que lorsque le point figuratif de l'axe de traction vient sur la zone $[001] - [\bar{1}11]$, deux systèmes sont disposés de la même manière par rapport à l'axe : il devrait alors y avoir glissement double (c.a.d. glissement simultané sur 2 plans différents) et le point figuratif de l'axe devrait se déplacer sur la zone précédente jusqu'à ce qu'il prenne la position de bissectrice des 2 directions de glissement. En fait, il se produit fréquemment le phénomène de dépassement du côté du triangle standard ("overshooting"). De plus, lorsqu'on maintient les têtes de l'échantillon dans le même axe, la rotation précédemment décrite fait apparaître un moment de flexion parasite qui est à l'origine d'hétérogénéités de déformation. On partage généralement le triangle standard en 2 parties. Dans la première, correspondant à des tractions suivant une direction voisine de la zone $[001] - [\bar{1}11]$, un deuxième système de glissement apparaît dès la limite élastique, mais localisé dans des "bandes de glissement secondaire" situées entre les lignes du premier. Dans la seconde portion du triangle standard la compensation de la rotation du réseau ne peut plus se faire par glissement dès le début de la déformation : il n'y a alors au départ qu'un seul système de glissement actif et il se forme des "pliages" qui correspondent à une simple flexion locale du réseau et peuvent être d'ailleurs de nombreux types.

Dans la compression d'un monocristal la rotation du réseau est telle que l'axe de compression se dirige vers la normale au plan de glissement (augmentation de χ et λ). Pour les cristaux cubiques à faces centrées, la zone où le glissement double est possible est $\langle 001 \rangle - \langle 011 \rangle$ et, pour les grandes déformations, l'axe de compression tend vers une direction $\langle 011 \rangle$.

Le glissement est un mouvement brusque : la marche qui apparaît en surface correspond à l'arrivée d'un grand nombre de dislocations. La cinétique du glissement est décrite entre autres par FRIEDEL ([94], p.62). Les lignes visibles au micros-

cope optique s'allongent et s'épaississent au cours de la déformation. Le nombre de ces lignes ne croît pas régulièrement avec la déformation : certains paliers correspondent à un accroissement de la quantité de glissement par ligne donc de la hauteur de la marche. L'épaississement des lignes à partir d'une certaine déformation vient de ce que le glissement n'a plus lieu sur un même plan mais sur une série de plans voisins. Il convient donc de distinguer, d'une part les "bandes de glissement" correspondant à un déplacement relatif de 50 à 2000 Å de plusieurs feuillets métalliques de 50 à 200 Å d'épaisseur parallèles au plan de glissement $\{111\}$, et d'autre part les lignes de glissement fines, visibles seulement au microscope électronique, correspondant à un déplacement relatif de 50 à 100 Å de quelques feuillets métalliques d'épaisseur sensiblement égale soit 50 à 100 Å. Les bandes de glissement sont donc constituées d'un faisceau de lignes fines mais la surface peut fort bien présenter simultanément des lignes fines séparées. On désigne couramment par lignes les bandes de glissement, seules visibles au microscope optique (ou à l'œil).

Les "lignes" de glissement très espacées au début de la déformation se multiplient en cours de déformation. Par exemple, pour de l'aluminium monocristallin déformé à température ambiante CRUSSARD {95} a trouvé que l'espacement moyen des bandes voisin de 5μ pour un allongement de 10 à 15% se réduit à 2μ pour des allongements de 25%. Il a constaté de même que l'écartement moyen des lignes est trois fois plus grand pour les cristaux déformés par fluage (allongements très lents) que pour ceux déformés par traction. Pour une même déformation l'espacement moyen des lignes croît également avec la température. L'écartement minimum entre ligne ne tombe jamais en-dessous d'une certaine distance qui varie avec les paramètres envisagés comme l'espacement moyen. Pour de l'aluminium raffiné déformé de 15% cet écartement minimum a été trouvé par BROWN {96} de 2μ à 20°C et 4μ à 250°C , tandis que la déformation très lente du fluage à température ambiante le portait à 10μ . JAOUL ({97} , chap. 6) a montré de son côté que cet écartement minimum augmentait avec la pureté du métal.

Le développement des lamelles de glissement a été étudié parallèlement. Sur de l'aluminium monocristallin raffiné les lamelles n'apparaissent que pour un glissement de l'ordre de 10% et le nombre de lamelles par bandes augmente avec la déformation. Ce nombre de lamelles décroît quand la teneur en impuretés croît, en même temps que le glissement par lamelle augmente. Pour une déformation assez forte (de l'ordre de 35%) d'aluminium très pur (99,997%), chaque bande comporte, en moyenne, une quinzaine de lamelles distantes de 300 Å et correspondant chacune à un glissement de l'ordre de 650 Å (cf réf. précédente). A la température ambiante, le glissement par ligne augmente avec la tension et les lignes sont pour la plupart groupées en bandes. Il subsiste néanmoins toujours une déformation par glissements fins : pour de

l'aluminium monocristallin pur, par exemple, cette structure élémentaire serait constituée, pour un glissement de 1%, de fines marches d'une dizaine d'Å espacées au minimum de 200 Å, et elle ne ferait que s'affiner pour des déformations plus importantes.

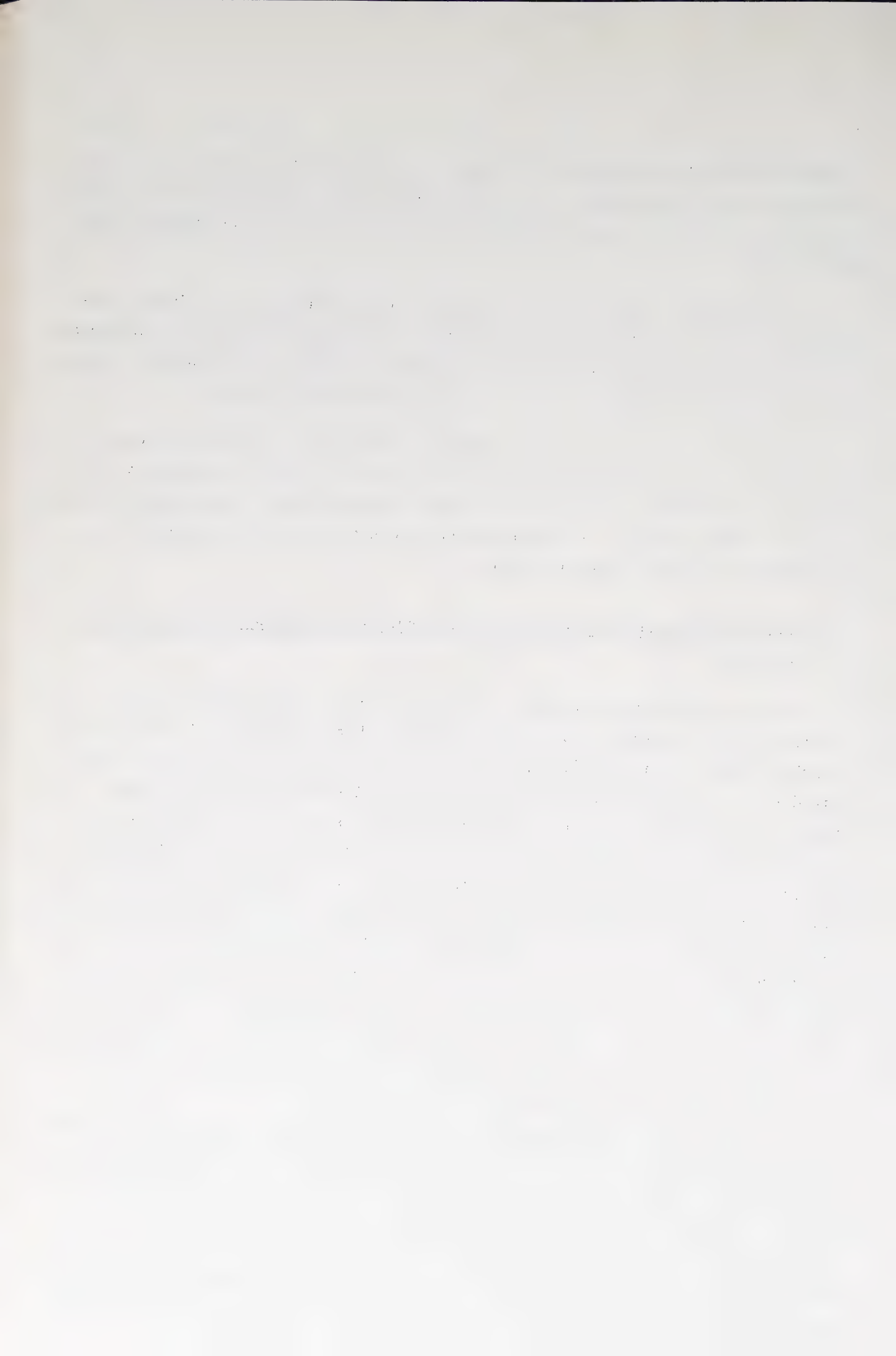
L'espacement des bandes et l'épaisseur des lamelles sont en général dans le rapport 100 et varient de la même manière. La présence d'impuretés en augmentant l'ancrage des dislocations diminue le glissement par ligne donc nécessite pour une même déformation un nombre de lignes et une cisssion plus importants.

Rappelons qu'à partir d'une certaine déformation, fonction notamment de la température et de l'énergie de faute d'empilement du métal, apparaissent les glissements déviés qui ont lieu dans la même direction que le glissement principal mais sur d'autres plans : les lignes de glissement semblent alors présenter des décrochements d'allure caractéristique.

8) Développement des lignes de glissement sur un polycristal cubique-à-faces-centrées.

Les dénivellations dessinant le contour des gros grains après déformation et les distorsions importantes aux joints révèlent l'hétérogénéité de la déformation des polycristaux : mais il n'y a pas de règle générale pour la déformation d'un grain dans un agrégat. La rotation du réseau est plus faible près des joints qu'au centre des grains par suite du plus grand nombre de systèmes de glissement qui y interviennent : le glissement près des joints est plus fonction des interactions entre grains voisins que de la déformation globale de l'échantillon. Parfois les lignes de glissement traversent simplement les joints avec un changement d'orientation sans qu'aucune distorsion n'apparaisse dans le joint. OGILVIE (cf {97} p.377) a cependant montré sur l'aluminium que cette traversée correspondait à des conditions particulières : l'intersection des 2 plans de glissement doit être une direction $\langle 110 \rangle$, $\langle 112 \rangle$ ou $\langle 123 \rangle$ située dans le plan du joint et ce dernier doit être droit donc de faible énergie. Ces conditions rendent peu probable en particulier la traversée, par les glissements, du joint d'adhésion.

Le plus souvent, les glissements des grains adjacents n'arrivent pas en coïncidence sur le joint de grain : il en résulte des empilements de dislocations et une importante distorsion élastique locale du réseau susceptible d'activer des glissements secondaires. Fréquemment, les glissements s'arrêtent à une certaine distance du joint créant une zone non déformée plastiquement où les fortes tensions élastiques s'opposent aux glissements ultérieurs. Les empilements de dislocations créant une tension antagoniste sur la source, les glissements par ligne sont d'au-



tant moins importants que les joints sont plus proches. ESHELBY et al {98} ont prévu théoriquement que le nombre de dislocations pouvant être développées par une source dans un grain de taille d sous une cisssion τ est de l'ordre de $\frac{d \cdot \tau}{\mu b}$ (où μ est le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers). Le glissement par ligne devrait ainsi être proportionnel à la taille du grain et décroître quand on se rapproche du joint. MADDIN et al {99}, par exemple ont observé sur une même ligne, pour de l'aluminium raffiné très faiblement déformé une hauteur de marche variant de 1800 Å à 150 Å du centre au bord du grain. Dès la limite élastique macroscopique, les lignes de glissement apparaissent simultanément dans un grand nombre de grains. En moyenne, 2 systèmes de lignes de glissement couvrent l'ensemble des grains. Dans certaines régions seulement apparaît un troisième système et il est rare d'en compter plus. Inversement, certains grains peuvent rester dépourvus de bandes de glissement jusqu'à des allongements importants du polycristal. Pour des polycristaux à grains fins, on atteint le stade des glissements déviés (dernier stade de déformation) pour un allongement global inférieur à 2% dans le cas d'aluminium pur (99,99%) et de l'ordre de 8% pour du cuivre de même pureté. Les glissements déviés apparaissent pour des déformations d'autant plus grandes que le taux d'impuretés en solution solide est important ou que, plus généralement l'énergie de faute d'empilement est basse, (forte dissociation des dislocations). Pour les échantillons à gros grains que nous avons utilisés la surface d'adhésion présente après décohéssion des glissements déviés (cf photos des échantillons 27 et 56, planche XI. Ces derniers sont particulièrement importants à proximité des zones d'adhésion, qui sont donc liées à de fortes déformations lors de la compression. Les fortes dénivellations de joint révèlent à posteriori des déformations en compression dans ces zones supérieures à 15%.

La vitesse de déformation ne semble pas avoir d'influence sur l'aspect des glissements superficiels à température ambiante. On n'observe jamais de maclage mécanique sur les métaux cubiques-à-faces-centrées. Par contre, on peut apercevoir des macles de recristallisation sur les coupes longitudinales de nos échantillons de cuivre (cf photos de l'échantillon n°38, planche XII).

Pour les essais où la température de déformation a été portée à plus de 200°C, il se produit parallèlement aux mécanismes de recuit ou de recristallisation une légère diminution de la résistance des joints : les lignes de glissement deviennent plus épaisses et moins nombreuses alors que le nombre des systèmes de glissement actifs diminue.

c) Influence des lignes de glissement dans la formation d'un joint d'adhésion.

Nous n'avons envisagé jusque là que le développement des lignes de glissement à la surface libre d'une éprouvette déformée. Pour les mécanismes d'adhésion de nos échantillons, ce sont les lignes de glissement débouchant sur les surfaces d'adhésion comprimées qui sont intéressantes. Comme nous l'avons montré les premières zones de contact se déforment très rapidement dans le domaine plastique tandis que les lamelles de glissement s'interpénètrent localement. La déformation plastique du métal sous-jacent gagne, du fait des fortes tensions exercées sur les grains voisins par les empilements de dislocations, des zones en vis-à-vis qui ne sont pas encore directement comprimées; il se développe alors sur ces dernières des marches de glissement du type de celles étudiées précédemment. La densité, l'orientation et la hauteur de ces marches sur chacune des surfaces opposées vont contrôler la répartition des contraintes et des déformations lors des contacts sous les compressions plus fortes.

L'angle que forment les lamelles de glissement dans un grain avec la normale à la surface est un paramètre important. Si cet angle est faible, un même glissement par ligne modifie plus fortement la planéité superficielle et rompt plus facilement le film d'oxyde superficiel donc conduit à un rapprochement plus facile de portions de surface noncontaminées en vis-à-vis. Si cet angle est proche de 90° , les faces cristallographiques denses $\{111\}$ des lamelles vont représenter la plus grosse partie de l'aire de contact pour les compressions ultérieures. Ces compressions exercées normalement à la surface ne peuvent que rapprocher de 90° l'angle précédemment considéré.

A titre indicatif, on a rappelé l'aspect des figures de corrosion en fonction de l'orientation cristallographique sur le triangle standard de la figure 3. Les marques d'adhésion observées sur l'échantillon 27, associées ou non à des figures de corrosion, laissent prévoir une adhésion plus facile suivant certains plans cristallographiques, les plans denses $\{111\}$ vraisemblablement. La probabilité de cohérence atomique est en effet maximum pour l'accolement de 2 tels plans, ce qui revient un peu au même - l'énergie interfaciale du joint formé minimum. Comme nous l'avons mentionné, l'orientation $\{111\}$ privilégiée par les marques peut être également le reflet d'une plus grande résistance à la décohésion suivant de tels plans.

L'orientation et la taille initiales des grains superficiels joue évidemment un grand rôle dans les déformations élastiques et plastiques d'interface. L'angle que forment les lamelles de glissement avec la normale à la surface en dépend beaucoup, mais il dépend également des tensions complexes exercées par les grains avoisinants ou par les zones de contact du même grain. Les observations effectuées sur nos échantillons de type (a) ou (b) sont insuffisantes pour justifier une texture de cor-

pression profonde ($\{110\}$ normale à l'axe de compression). Toutefois, le système complexe de contraintes qui naît de l'écrasement mutuel des marches superficielles peut entraîner une certaine rotation locale sur l'interface des lamelles de glissement. Pour une marche de hauteur h , présentant à sa base un rayon de courbure R , la contrainte effective s'exerçant sur les dislocations au pied de cette marche est multipliée par un facteur géométrique de l'ordre de $\sqrt{h/R}$: cette concentration très locale des contraintes peut bloquer le système primaire de glissement et favoriser l'activation à distance de glissements secondaires.

En conclusion de ce paragraphe, disons que s'il est difficile de prévoir la répartition globale des contraintes interfaciales, il est impossible de la préciser à l'échelle microscopique.

2) Echantillons rompus initialement sous vide.

a) Influence de la rupture initiale.

α) Considérations géométriques.

Pour les échantillons d'aluminium ou de cuivre, très ductiles, la force de traction a progressivement diminué après le début de la striction malgré l'entaille ou l'étranglement destinés à localiser la rupture : elle est même revenue à zéro (rupture en pointes) pour tous nos échantillons d'aluminium quelle que soit leur pureté ou la forme de l'étranglement. Cette dernière phase où la déformation est presque exclusivement localisée dans la zone de striction est primordiale pour le développement de la texture de déformation. On peut, comme le propose TEGART $\{100\}$ distinguer dans l'allongement total à rupture de l'échantillon $l_f - l_0$, d'une part un allongement uniforme $k l_0$ jusqu'au début de la striction sensiblement indépendant de la section, et d'autre part un allongement localisé $k' \sqrt{A_0}$, sensiblement proportionnel à la racine carrée de l'aire initiale A_0 de la section de rupture. On sait que pour une éprouvette cylindrique l'apparition de la striction peut être repérée sur la courbe donnant la contrainte vraie en fonction de la déformation rationnelle $\epsilon = \ln \frac{l}{l_0}$ à partir de la relation $\frac{d\sigma}{d\epsilon} = \sigma$. Pour l'échantillon 52 en aluminium 99,99% présentant une partie centrale cylindrique de 12mm de long et 6mm de diamètre, on obtient ainsi un allongement uniforme avant striction de 3,92mm suivi d'un allongement localisé de 6,45mm jusqu'à ce que la section minimum devienne quasi ponctuelle. Pour nos échantillons en cuivre, la rupture a eu lieu sous une contrainte globale encore appréciable (2/3 de la charge maximum) avec le faciès ductile classique en cône et cratère. L'entaille ou l'étranglement destiné à localiser la rupture de nos échantillons introduisent des concentrations locales de contraintes triaxiales qu'il est difficile d'évaluer. Le rayon de courbure à la base du rétrécissement a notamment une grosse importance sur la fragilisation de l'échantillon. Si nous considérons le cas idéal d'une encoche de profondeur h , de largeur d , et de rayon de courbure ρ

en fond d'entaille, la contrainte effective s'exerçant sur une dislocation située à la distance r de l'extrémité de l'entaille est multipliée par $\sqrt{\frac{h}{r}}$ pour $r \approx h$ et par $\frac{d}{p}$ tout près de l'extrémité de l'entaille.

L'étude de la striction a été faite, notamment par BRIDGMANN, DAVIDENKOV et SPIRIDONOVA ([97], p.163) en supposant que la déformation est homogène dans la section minimum et se compose d'un allongement et de 2 contractions égales. Ils ont trouvé pour expression de la contrainte longitudinale à la distance r du centre

$$\sigma_z = \sigma \left(1 + \int_r^a \frac{dr}{\rho} \right), \text{ où } \sigma \text{ est la tension simple, supposée constante dans la}$$

section, correspondant à la consolidation effective du métal, a le rayon de la section minimale et ρ le rayon de courbure des trajectoires des tensions principales. Ce dernier croît régulièrement à partir de la surface où il vaut R jusqu'au centre où il est infini. Les contraintes longitudinales et transversales croissent de la périphérie vers le centre, ce qui explique que les fissurations se produisent d'abord au centre et que la texture y soit plus développée. Sur des éprouvettes cylindriques la forme de la striction varie d'un métal à l'autre en fonction principalement de la consolidation. Le problème est encore plus complexe pour des échantillons présentant un étranglement initial. Si l'on admet par exemple avec DAVIDENKOV une variation du rayon de courbure des tensions principales en $\rho = R \frac{a}{r}$ il vient

$$\sigma_z = \sigma \left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2 a R} \right) \text{ et } \sigma_r = \sigma_\theta = \sigma_z - \sigma.$$

8) Considérations structurales.

Une texture de déformation se développe dans la zone de striction lors de la rupture des échantillons. En même temps qu'un allongement des grains suivant l'axe de la traction, certaines directions cristallographiques se réorientent progressivement parallèlement aux directions principales d'écoulement plastique. En fait on ne met en évidence cette réorientation aux rayons X que lorsque la section droite de l'échantillon a été réduite d'environ 40%, mais elle n'est complète qu'après une déformation d'au moins 90%. La texture de déformation dépend évidemment des caractéristiques du métal et des déformations principales. La texture de fibre idéale, obtenue lors d'une traction uniaxiale, est caractérisée par une direction cristallographique déterminée parallèle à l'axe de l'échantillon. La texture de fibre des métaux cubiques à faces centrées est généralement double, les directions $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ étant parallèles à l'axe de l'échantillon étiré : les cristallites ont une direction $[111]$ ou $[100]$ parallèle à cet axe, les orientations autour de l'axe étant quelconques. Le pourcentage de cristaux de direction $\langle 111 \rangle$ ou $\langle 100 \rangle$ parallèle à l'axe varie grossièrement selon les métaux comme suit :

Métal	$\langle 111 \rangle$ parallèle à l'axe	$\langle 100 \rangle$ parallèle à l'axe
Aluminium	100%	0%
Cuivre	60	40
Argent	25	75

Le nickel étiré fortement possède une texture double analogue à celle du cuivre, tandis que le laiton contenant plus de 10% de zinc, ressemble à l'argent. D'une façon générale on passe de la texture $\langle 111 \rangle$ à la texture $\langle 100 \rangle$ au fur et à mesure que l'énergie de faute d'empilement décroît, et la plus ou moins grande facilité des glissements déviés qui est liée à ce dernier paramètre joue sans doute un grand rôle.

La rupture est précédée de déformations peu homogènes et d'une consolidation du métal très importantes autour de la section de rupture (cf glissements déviés, planche XV). Des fissures apparaissent à partir d'impuretés ou d'inclusions dans le métal. Il y a ensuite croissance à partir de ces fissures de trous qui s'allongent dans le sens de la déformation. La rupture correspond enfin à la striction des pédoncules de métal séparant des trous rapprochés. On aboutit ainsi à la rupture de faciès ductile, qui se présente comme une juxtaposition de cupules $\leq 1 \mu$ (planche XIII-XIV) qui ne sont pas liées à la grosseur du grain du métal. On admet actuellement que la décohésion finale met en jeu à la fois le processus de striction interne précédemment décrit et une décohésion le long de certains plans de glissement. Dans de l'aluminium très pur, tel que celui que nous avons utilisé, la rupture s'effectue par propagation de fissures dans des bandes de glissement sévère. Que la nucléation des cavités s'effectue autour de particules ou seulement dans des bandes de plus forte déformation, on retrouve toujours une certaine "porosité au voisinage de la surface rompue". De plus, la rupture transgranulaire a non seulement coupé de façon très irrégulière les grains superficiels mais y a introduit des bandes de déformation riches en dislocations.

b) Compression des échantillons d'aluminium.

Considérons la compression d'un de nos échantillons d'aluminium pur initialement rompu. La striction complète a créé une texture $\langle 111 \rangle$ très marquée sur plusieurs mm de part et d'autre de l'interface et 2 surfaces sensiblement côniques

qui sont axialement comprimées l'une contre l'autre par leur sommet. Cette texture n'a guère d'influence sur le comportement élastique de l'interface car le module d'Young de l'aluminium est peu anisotrope. De faibles charges donnent donc immédiatement lieu à de fortes contraintes susceptibles d'initier le fluage plastique et l'accroissement de l'aire apparente de contact. D'ailleurs la contrainte de fluage plastique nettement plus basse qu'en fin de traction et le faible taux de consolidation initial correspondent à l'effet Bauschinger résultant de l'inversion des contraintes. Les tensions résiduelles dans certains grains à l'échelle microscopique (hétérogénéité des contraintes en traction liée à celle des orientations) justifient en effet un seuil de plasticité réduit, tandis que l'annihilation mutuelle des dislocations dans les premiers % de compression expliquent le taux de consolidation initialement très faible. Ces conditions initiales de déformation plus favorables affectent particulièrement les grains interfaciaux en augmentant la densité de leur marches superficielles et en favorisant leurs "ajustements" mutuels.

Lorsque la compression se poursuit, le taux de consolidation du métal avec texture devient sans doute plus important que pour une orientation des grains au hasard. Les orientations $\langle 111 \rangle$ ou $\langle 100 \rangle$ sont en effet particulièrement propices à l'apparition locale de plusieurs systèmes de glissement. Par ailleurs, dans le stade II et le début du stade III de déformation des monocristaux cubiques-à-faces-centrées, les cristaux dont l'axe de traction se situe près du coin $\{0\ 11\}$ du triangle de référence stéréographique ont systématiquement un taux de consolidation inférieur à ceux dont l'axe se situe près du côté $[0\ 01] - [\bar{1}\ 11]$. On peut se faire une idée de l'accroissement du taux de consolidation de l'aluminium pur présentant une texture de fibre en comparant sur la figure 4 les courbes de traction à température ambiante d'aluminium à 99,99% sous les formes suivantes : ($\{101\}$, p.235) :

- 1) monocristal d'axe voisin de $\langle 111 \rangle$
- 2) polycristal sans orientation préférentielle avec un grain moyen de 0,03mm
- 3) polycristal sans orientation préférentielle avec un grain de 0,5mm.

On a porté à titre comparatif :

- en 4) un monocristal d'axe voisin de $\langle 100 \rangle$ et
- en 5) un monocristal d'axe voisin de $\langle 110 \rangle$.

On constate que le cristal d'orientation $\langle 111 \rangle$ se durcit même plus rapidement que les échantillons polycristallins, sans doute parce que cette orientation est particulièrement favorable à la formation de barrières de Lomer-Cottrell. La taille moyenne initiale du grain de nos échantillons d'aluminium était égale ou supérieure à 0,5mm, mais les fortes déformations interfaciales ont fragmenté le grain dans cette zone jusqu'à des tailles de quelques centièmes de mm. Les courbes 2, 3 et 4 permettent de comparer la résistance intergranulaire pour différentes tailles de grains et différentes déformations. Compte tenu de cette évolution rapide de la résistance des joints

avec la déformation et avec la petitesse du grain, la consolidation représentée par la courbe 1 doit être nettement inférieure à celle obtenue dans une bande étroite entourant l'interface. L'inhomogénéité et l'importance du durcissement interfacial constituent évidemment une source de fragilisation à la décohésion. Pour les déformations plus importantes, supérieures à 30-40%, l'influence de la taille du grain s'estompe.

Au fur et à mesure de la compression va se produire une réorientation progressive des grains voisins de l'interface ; d'allongés suivant l'axe de traction sensiblement parallèle à $\langle 111 \rangle$, ils se déforment de manière que la direction $\langle 110 \rangle$ tende à se confondre avec celle de compression. On sait en effet $\{102\}$, qu'après une forte compression uniaxe les métaux cubiques-à-faces-centrées (sans texture préalable) prennent une texture fibreuse du type $\langle 110 \rangle$. Bien entendu, la texture n'est jamais parfaite. Sur la figure de pôles d'un polycristal d'aluminium comprimé à 80% on trouve une orientation $\langle 110 \rangle$ certes plus fréquente, mais toutes les orientations sont encore représentées exceptées celles pour lesquelles $\langle 111 \rangle$ est à moins de 20° de l'axe de compression. Ce n'est que pour un très petit nombre de cristaux que la direction $\langle 100 \rangle$ est à moins de 15° de l'axe. La dispersion des orientations est généralement beaucoup plus importante que la rotation moyenne du métal à l'intérieur du grain, des grains d'orientation identiques tournant dans des directions différentes. Cette dispersion des orientations est sûrement plus grande et imprévisible à l'interface de nos échantillons où les irrégularités des surfaces rompues donnent lieu localement à un système complexe de contraintes triaxiales. Les bandes de déformation prédominent dans les grains ayant certaines orientations ($\langle 111 \rangle$ ou $\langle 100 \rangle$ parallèle à la plus forte contrainte principale). La coupe longitudinale de l'échantillon 52 (planche XXI) montre que les grains allongés axialement par la rupture initiale ont eu surtout tendance à se coucher sur l'interface près des bords de la zone d'adhésion. Au centre de l'échantillon les grains semblent être restés allongés axialement malgré les contraintes plus importantes en compression. L'interaction des grains voisins est moins forte sur la périphérie de l'échantillon et la texture de traction est plus développée dans le coeur de l'échantillon.

NAKADA et CHALMERS {103} ont étudié l'effet Bauschinger après 5 à 10% de déformation en traction (donc dans le domaine des glissements déviés) pour de l'aluminium pur mono et polycristallin. Ils ont trouvé un effet négligeable pour les monocristaux d'orientation $\langle 100 \rangle$ alors qu'il est très marqué, et d'autant plus que la traction est plus importante, pour les monocristaux d'orientation $\langle 111 \rangle$ ou les polycristaux (taux de consolidation pratiquement nul pour les 3 ou 5 premiers pour cents de déformation en compression). Il resterait comparativement beaucoup moins de dislocations après traction dans le cristal $\langle 100 \rangle$ du fait de la déconsolidation du système primaire par le système des glissements déviés. On peut donc penser que lors de

la compression de nos échantillons après rupture en traction, les grains d'orientation $\langle 111 \rangle$ se déforment beaucoup plus facilement que les autres pendant les premiers pour cents de déformation, puis que leur taux de consolidation croît très rapidement. Ce premier stade de déformation plus facile se perçoit nettement lors de l'enregistrement de la courbe contrainte-déformation globale, mais il est difficile d'en préciser la limite puisque l'aire apparente de contact évolue constamment. De plus, l'accommodation des irrégularités des surfaces de contact peut correspondre à ces quelques pour cents de déformation dans certains grains superficiels de petite taille sans que cette déformation soit perceptible globalement. Du fait de la forme cônica initiale des surfaces de rupture, l'accroissement de l'aire de contact s'effectue par couronnes de rayon croissant. Il y a donc une rotation progressive des grains périphériques de l'échantillon qui commence avant même qu'ils aient participé au contact et, qui les conduit à se coucher sur l'interface (échantillon 52). Dans ces conditions, d'une part le coeur de la zone d'adhésion est plus résistant que la périphérie, d'autre part cette dernière présente davantage de cavités intergranulaires non résorbées. Ces cavités souvent radiales (d'après l'orientation des grains) s'évasent en une fine fente facilement visible sur la périphérie du joint d'adhésion. Cette fente périphérique constitue évidemment l'amorce des fissures fragiles qui vont se propager à l'interface (cf photo de la trace d'une telle fissure sur la face latérale de l'échantillon 24, planche XV).

Au coeur de l'échantillon, l'allongement des grains dans la direction de l'axe de l'échantillon donne naissance à une forte proportion de joints longitudinaux. Ce type de joint ne se cisaille pas et ne donne pas lieu à température ambiante, à la rupture par cavitation (modèle de ZENER ou de CHEN et MACHLIN). Par contre, il bloque efficacement les empilements de dislocations et produit une consolidation importante du métal. La distorsion plus importante des grains périphériques est par contre susceptible de provoquer un faible glissement intergranulaire. Il est cependant très difficile de prévoir le mécanisme d'ajustement des grains de part et d'autre d'une interface très irrégulière tant à l'échelle globale qu'à l'échelle microscopique. L'examen au microscope de coupes longitudinales (réalisées après plusieurs mois à température ambiante) de nos échantillons d'aluminium pur adhérents ne permet plus de repérer la ligne interfaciale : on peut seulement la situer dans la zone à petits grains séparant les points extrêmes du rétrécissement de la section ou près des rares cavités interfaciales (planches XIII, XVII, XX). La forme des grains, la distribution et la faible densité des figures de corrosion permettent d'envisager une recristallisation partielle de la zone interfaciale dont la force motrice réside dans les très fortes hétérogénéités de déformation. Il aurait été intéressant d'effectuer la coupe longitudinale juste après adhésion et de suivre l'évolution de la structure interfaciale.

Nous n'avons observé aucune trace de recristallisation sur les échantillons 51 et 52 en métal un peu moins pur (99,99%). Les figures de corrosion, moins nettes et beaucoup plus denses que dans le cas précédent, permettent néanmoins de situer assez précisément l'interface sur coupe longitudinale. L'imbrication des grains interfaciaux, de taille réduite, s'accompagne de nombreuses bandes de déformation et d'une sous-structure très développée.

c) Compression des échantillons en cuivre et autres métaux utilisés.

La taille des grains des *échantillons de cuivre* était plus faible que celle des échantillons d'aluminium. L'allongement axial des grains correspondant à la texture de traction initiale est très nettement visible même après compression et adhésion (planches XVII, XVIII, XIX, XXII, XXIII). Comme pour l'aluminium ces photos montrent que les grains allongés ont été surtout couchés sur l'interface à la périphérie de la zone d'adhésion et que les cavités résultant du non ajustement des grains sont plus nombreux à cette périphérie. Pour les échantillons testés et maintenus à température ambiante il ne peut évidemment pas être question de recristallisation; aussi peut-on suivre le joint d'adhésion sur les coupes longitudinales grâce aux très petits grains (quelques μ par endroit) qui l'entourent. Sa surface très irrégulière ne reproduit plus le profil initial de la rupture en cône et cratère. Les cavités correspondant à un mauvais ajustement des grains en fin de compression sont plus fréquentes que pour l'aluminium. Elles correspondent très souvent à la proximité de grains assez importants qui ne sont pas fragmentés en sous-grains et ont des formes quelconques, souvent allongées dans la direction de l'interface. Leur taille moyenne est de l'ordre de 50 μ . Il a été possible de révéler autour de certaines cavités un réseau de sous-grains de quelques μ (échantillon 28, planche XIX). On a pu observer également le long de certaines zones saines d'adhésion des alignements de figures de corrosion orientés à peu près normalement à l'interface et distants de moins d'une dizaine de microns. Ces parois de sous-joints (malgré les difficultés de polygonisation du cuivre) sont liées à l'anisotropie de déformation de la texture initiale et révèlent d'intenses contraintes localisées. Au cours de la compression, la désorientation croissante des sous-joints contribue au morcellement des grains d'interface et à l'ajustement mutuel de ceux-ci.

Pour les *échantillons d'argent* (échantillons 41 et 44, planches XXIV et XXV) la taille initiale du grain ($\sim 0,02\text{mm}$) était inférieure à celle des échantillons de cuivre. L'allongement des grains est particulièrement visible de même que leur tendance en cours de compression à s'aplatir sur l'interface notamment sur le pourtour de l'échantillon. On peut observer quelques microcavités isolées sur l'échantillon 41, mais plus aucune sur le 44. Comme pour le cuivre, la rupture initiale a donné naissance à 2 surfaces très irrégulières. Leur compression s'accompagne d'un jeu très complexe de contraintes hydrostatiques et de cisaillements, mieux accommodé par une structure à grains fins. Il n'a pas été possible de mettre en évidence par microdu-

reté les inhomogénéités locales de consolidation qui en résultent : la part prépondérante du durcissement intergranulaire et l'écrouissage de la rupture initiale masquent complètement ces inhomogénéités.

Pour les échantillons de nickel recuit, les grains interfaciaux de taille initiale voisine de 0,10mm se sont nettement allongés dans le sens axial lors de la rupture initiale. En fin de compression et après le fluage d'adhésion les grains ont conservé cet allongement dans le sens axial même aux endroits où les surfaces de décohesion étaient obliques par rapport à l'axe, (échantillon 45, planche XXIV). Les joints sont restés en général très droits. Sur l'échantillon 45, une fissure périphérique de 0,25mm de profondeur et 13 μ de large ceinture la zone d'adhésion (de 4mm de diamètre seulement). Elle résulte de la relaxation des contraintes élastiques de compression particulièrement fortes sur la périphérie. L'extrémité de cette fissure se termine sur un grain allongé parallèlement au bord de l'échantillon, ce qui montre que les critères d'adhésion proposés par Bowden et Rowe ont le tort de ne pas tenir compte de la structure granulaire interfaciale. Comme pour les autres métaux la rupture a été de type ductile intragranulaire. On observe des microcavités d'une vingtaine de μ le long de l'interface. Parfois la rupture a isolé des protubérances de métal et le joint d'adhésion semble bifurquer de part et d'autre de ce nouveau grain. Le nickel est caractérisé par une énergie de faute d'empilement assez élevée : les glissements déviés sont donc relativement plus faciles et la texture $\langle 111 \rangle$ plus stable que pour le cuivre. La quasi absence de microcavités le long de l'interface des échantillons d'argent s'expliquerait par la plus petite taille du grain et par la prédominance de la texture $\langle 100 \rangle$ (faible énergie de faute d'empilement $\sim 20 \text{ erg/cm}^2$). La petite taille des grains permet une accommodation plus facile des irrégularités géométriques et des désorientations relatives de l'interface. De plus, l'accroissement du durcissement intergranulaire avec la petite taille du grain s'estompe aux fortes déformations. La texture $\langle 100 \rangle$, de son côté, correspond lors de la compression à un taux de consolidation du métal inférieur à celui de la texture $\langle 111 \rangle$. La texture de déformation peut également avoir une incidence sur le comportement élastique de l'interface. Le rapport du module d'Young dans les directions $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ vaut par exemple 2,9 pour le cuivre et 2,7 pour l'argent.

3) Compression des échantillons sciés in situ.

a) Perturbations superficielles causées par le sciage.

On a pu constater à l'aide des figures de corrosion, réalisées notamment sur coupe longitudinale de l'échantillon monocristallin 65, que l'orientation cristalline n'est guère modifiée par le sciage en dehors d'une bande d'environ 60 μ . La zone où la structure du grain a été perturbée par le sciage a été révélée par l'attaque électrolytique qui s'y est réalisée de manière préférentielle.

Pour l'*aluminium*, l'épaisseur de cette zone à grains très fins varie de 20 à 50 μ (Planche XXVIII). Elle est systématiquement plus faible au centre de la section, plus forte sur le bord d'éjection des copeaux (agglutinés en languettes). Compte tenu de la pureté du métal (99,99%), de l'échauffement local et des importants gradients de déformation produits par le sciage, il s'opère une recristallisation à grains extrêmement fins localisée de part et d'autre de la surface de coupe. L'épaisseur de la bande recristallisée dépend du taux de déformation et de l'échauffement local donc essentiellement de la vitesse et du temps de coupe : une grande vitesse de coupe favorise une recristallisation (partielle et locale), rapide à petits grains mais un temps de coupe plus long chauffe davantage les zones déjà sciées et peut grossir certains grains fins. Il est intéressant de noter que la double languette constituée par les "copeaux" adhérents du sciage présente une structure très finement granulaire et a sur le bord de la section d'adhésion une épaisseur de l'ordre de $2 \times 25 \mu$. Elle constitue le prolongement de la bande interfaciale et sa température de formation est vraisemblablement élevée.

Pour le *duralumin*, l'élimination facile des copeaux de fraisage correspond à des contraintes de coupe et à un échauffement moins important. Il est très peu probable qu'il y ait eu une amorce de recristallisation (influence supplémentaire des impuretés). La coupe longitudinale de la zone d'adhésion de l'échantillon 58 (planche XXIX) révèle (après compression il est vrai) une bande interfaciale perturbée sur seulement 5 μ .

Les photos de coupe longitudinale sur l'échantillon d'*argent* n°61 (planche XXVIII) montrent que le sciage crée à l'interface une bande quasi-amorphe (grain trop fin pour être visible au microscope optique) dont l'épaisseur décroît régulièrement d'environ 75 μ sur le bord d'attaque de la scie à environ 5 μ au centre de l'interface. Les essais correspondants de microdureté (10g de charge), révèlent après adhésion une dureté une fois et demie plus forte dans cette bande. Enfin, même au centre de l'interface, la dureté évolue sur une épaisseur d'une trentaine de μ de chaque côté de l'interface : ce durcissement interfacial est sans doute lié à la déformation en compression.

Nous avons enregistré (à l'aide d'un rugosimètre sensible à quelques centaines d'Å) le profil, perpendiculairement à la direction de sciage, des surfaces d'adhésion d'échantillons d'*aluminium* n'ayant pas adhéré après compression sous haut vide. Pour l'échantillon 55 (grain $\sim 0,25\text{mm}$, contrainte globale en fin de compression $5,5\text{kgf/mm}^2$) on a trouvé que la surface relativement plane (cf planche VI) présente entre de très grosses rayures de sciage d'une trentaine de μ une rugosité moyenne H_a de 0,5 μ caractérisée par une "longueur d'onde" λ de l'ordre de 20 μ et une hauteur maximum H_m de 7 μ . Il s'y superpose une microrugosité très irrégulière et très fine avec une "longueur d'onde" de l'ordre du micron qui est plus vraisemblablement le fait des

rayures par les particules arrachées (quelques μ) que l'empreinte des bandes de glissement des grains sous-jacents à la couche superficielle. Pour l'échantillon monocristallin 66, comprimé au maximum sous $1,5 \text{ kgf/mm}^2$ et recouvert par plages de titane, on observe sur la surface représentée planche V une rugosité moyenne plus irrégulière et plus forte caractérisée, en certaines plages par $H_a \approx 1,5\mu$, $\lambda \approx 100\mu$, $H_m \approx 10\mu$ et sur d'autres plages plus "tassées" par la compression, par $H_a \approx 0,8\mu$ et $H_m \approx 5\mu$. La microrugosité de l'échantillon 55 se retrouve sur le 66. L'observation de la surface au microscope à balayage (pinceau incliné de 25°) a révélé de très longues microrayures de sciage sur toute la largeur de la section, distantes d'environ $0,2-0,3\mu$ (cf planche XXXIII). Comme ces fines rayures peuvent être observées au microscope à balayage même sur la surface de la languette constituée par les particules adhérentes de sciage, elles se distinguent d'éventuelles lignes de glissement.

b) Compression des échantillons sciés sous vide.

Comme nous venons de le voir, les contraintes globales de compression que nous avons adoptées sur ce type d'échantillon n'ont pas été suffisantes pour supprimer le relief superficiel. Celui-ci semble comporter des ondulations de planéité générale, une rugosité moyenne de quelques μ de haut assez irrégulière selon la vitesse de coupe, une microrugosité de quelques dixièmes de μ de hauteur et de pas.

Les contraintes superficielles lors de la compression vont donc gagner les couches profondes dans les mêmes conditions que celles envisagées pour les échantillons usinés à l'air : la microrugosité par rayures joue un rôle semblable aux lignes de glissement de ces derniers échantillons. Les différences essentielles proviennent de la rugosité moyenne, de la fine taille du grain superficiel (éliminées par polissage électrolytique des échantillons usinés à l'air) et de l'absence de la couche d'oxyde susceptible de bloquer les déformations superficielles. La localisation des contraintes par les aspérités devrait rendre l'accommodation des irrégularités géométriques sur les surfaces en contact assez facile malgré les compressions globales relativement peu élevées. On observe effectivement, à l'échelle du microscope optique très peu de microcavités interfaciales sur les coupes longitudinales d'échantillon après un très léger polissage électrolytique. Si ce polissage est prolongé, la zone quasi-amorphe est rongée comme le montre les photos au microscope à balayage de la planche XXXII. Les arêtes d'attaque sont très souvent vives et certains grains de l'ordre du micron semblent avoir été épargnés. Il faut faire abstraction sur ces photos des grains plus clairs qui sont les traces d'agglomérats du titane sublimé avant adhésion.

Avec une telle structure, on peut prévoir une faible évolution de la déformation interfaciale avec le temps sous charge. Il est vraisemblable également que l'absorption gazeuse, lorsque les demi-échantillons sciés, sont maintenus séparés dans l'enceinte, est plus facile sur les surfaces d'adhésion que sur les faces latérales des échantillons.

On peut observer pour les compressions assez importantes (cf photos des échantillons 58 et 61 planche VI), l'aspect classique en "tonneau" caractéristique de compressions où les faces d'appui de l'éprouvette ne sont pas lubrifiées. SIEBEL et POMP ont montré en effet que si on écrasait un cylindre entre 2 plateaux parallèles non lubrifiés, il n'y avait pratiquement pas de déformation dans 2 zones coniques ayant chacune pour base la surface de contact avec un plateau. Pour nos échantillons, l'emploi du dispositif d'alignement par tiges-guides a permis d'éviter le flambement tout en opérant avec un grand rapport $R = \text{hauteur/diamètre}$: la partie cylindrique centrale d'un échantillon de type (d) correspond sensiblement à $R \sim 2$ mais elle se prolonge par des parties de diamètre progressivement plus fort. La légère forme en tonneau de certains échantillons traduit plutôt l'hétérogénéité de déformation de la zone interfaciale : à la compression axiale sont inévitablement associées des cisssions radiales. La bande interfaciale, d'épaisseur variable, à grains plus fins, et plus fortement écrouie que les grains adjacents rend d'ailleurs assez complexe la répartition de la charge dans cette zone.

4) Distribution des contraintes de compression pour les rubans d'aluminium.

Les très importants frottements des enclumes non lubrifiées rendent également très complexe la répartition des contraintes dans 2 rubans de 0,2mm d'épaisseur mutuellement comprimés. Les photos des échantillons 46 et 47 (où les rubans ont été seulement posés au sommet de demi-échantillons du type d) montrent que la surface d'adhésion des rubans n'a été déformée notablement que sur son contour.

WATTS et FORD ont montré que si on comprime une lamelle rectangulaire entre deux plateaux qui la débordent, elle prend une forme de cigare : au centre de la lamelle les effets du frottement s'opposent à la déformation longitudinale.

Cet élargissement latéral au centre de la surface comprimée n'est pas visible sur l'échantillon 47 car seul le pourtour a été déformé, mais il est nettement perceptible sur les photos des rubans présentées planche VII. La dissymétrie de l'élargissement révèle une dissymétrie du frottement liée à un cisaillement latéral lors de la mise en compression.

L'essai de compression plane d'un ruban est un des plus précis pour obtenir la courbe contrainte-déformation en compression mais il nécessite des conditions bien précises, entre autres le chargement incrémental, avec lubrification et mesure de la déformation à chaque accroissement de charge. Si la largeur du ruban est grande devant celle de l'enclume (à peu près notre cas) la déformation latérale du ruban est théoriquement nulle et pour la conservation du volume la déformation en épaisseur ϵ_t doit être numériquement également à la déformation longitudinale du ruban. Pour les enclumes étroites, on peut admettre que la contrainte dans la direction longitudinale du ruban est nulle. D'après les relations de Levy-Mises, la contrainte de compression p est double de la contrainte latérale, de sorte que la contrainte correspon-

dant au taux de consolidation du métal vaut $p \frac{\sqrt{3}}{2}$ et la déformation effective $\frac{2}{\sqrt{3}} \epsilon_t$. On voit que, n'eut été le frottement, la courbe $p - \epsilon_t$ représenterait assez bien la consolidation du métal.

La planche VII montre que la prétraction longitudinale du ruban (allongement 10%) produit d'importantes dénivellations aux joints de grains et des bandes de glissement très développées. Sur le ruban 3 la compression de 3 kgf/mm^2 n'a pas suffi à aplanir le micro-relief. Pour le ruban 9 (au contraire, (très longuement recuit et soumis avant compression à un allongement de 10%) la contrainte de 25 kgf/mm^2 a nettement laissé l'empreinte des enclumes en estompant les lignes de glissement apparentes. La non uniformité du fluage latéral apparaît particulièrement sur le ruban 3 non étiré avant la compression de 20 kgf/mm^2 .

B - COMPORTEMENT DES COUCHES SUPERFICIELLES.

1) Caractéristiques de l'oxyde superficiel.

Pour les échantillons usinés à l'air la couche d'oxyde joue évidemment un rôle prépondérant. Lorsque le film d'oxyde adhère au métal sous-jacent sans présenter de fissures ni de décollements, la loi souvent parabolique de croissance de la couche protectrice rend la vitesse de croissance rapidement négligeable.

Quand on expose par exemple de l'aluminium pur à l'air, il se forme rapidement une mince pellicule d'oxyde d'aluminium hydraté de 5 à 15 Å. La vitesse de formation de la couche superficielle d'oxyde est logarithmique pendant les 2 premières heures, puis, après une phase transitoire, de type exponentielle décroissante. On a pu montrer que dans de l'oxygène sec, à température ambiante, le film d'oxyde atteint son épaisseur limite d'environ 10 Å en quelques minutes; par contre à l'air ordinaire le film naturel est beaucoup plus épais et peut mettre des mois avant d'atteindre son épaisseur limite (plusieurs centaines d'Å parfois). La vitesse d'oxydation dépend essentiellement de l'atmosphère où est exposée la surface, mais aussi de la pureté, du traitement de surface et de la rugosité du métal.

HUNTER et FOWLE {104} ont montré que le film qui se forme, soit naturellement, soit à chaud sur de l'aluminium est constitué en fait de 2 couches : une couche d'oxyde-barrière au contact du métal dont l'épaisseur limite, rapidement atteinte à l'air, ne dépend que de la température, et une couche poreuse externe dont l'épaisseur est fonction de l'atmosphère et du temps d'exposition. Pour les températures inférieures à 300°C (les seules susceptibles de nous intéresser) le film d'oxyde naturel est amorphe. La couche poreuse est formée à partir de la couche barrière par action de l'environnement, essentiellement de l'humidité; son épaisseur croît avec le temps, contrairement à la couche barrière dont l'épaisseur se fixe rapidement (10 Å à température ordinaire et épauvrissement de 10 Å par 100° d'accroissement

de température). Ces auteurs rapportent qu'une couche barrière de 28 Å formée à 200°C reprend en quelques heures une épaisseur de 10 Å lorsque la surface est maintenue à température ambiante dans de l'air humide. Enfin, contrairement à la couche barrière, la couche poreuse dans un bain électrolytique laisse passer le courant dans toutes les directions.

Nos échantillons dont les surfaces d'adhésion ont été usinées à l'air ont régulièrement fait l'objet d'un polissage électrolytique sérieux 2 heures environ avant l'établissement du vide secondaire dans l'enceinte. L'étuvage à 300°C a permis d'obtenir un environnement d'ultra-vide où la pression partielle de vapeur d'eau était de l'ordre de 10^{-12} torr. On peut donc penser qu'avant compression, la surface d'un échantillon, tel que le 55, ne présente pas de couche écrouie mais seulement un film d'oxyde-barrière, amorphe, épais d'une trentaine d'Å. Par contre, ce même type d'échantillon testé à l'air après polissage électrolytique présente en surface une couche barrière d'une dizaine d'Å surmontée d'une couche poreuse, particulièrement apte à l'adsorption gazeuse, et dont les propriétés mécaniques (limite élastique et fragilité) doivent être nettement différentes. De plus, l'influence de cette dernière couche sur la résistance électrique interfaciale est faible.

Pour les échantillons dont les surfaces d'adhésion ont été obtenues *in situ* par rupture ou sciage, la chimisorption de l'oxygène résiduel contrôle la vitesse de déformation et l'épaisseur du film superficiel : on peut prévoir pour les expositions prolongées une épaisseur maximum d'une dizaine d'Å.

Deux mécanismes ont été essentiellement proposés pour décrire la cinétique de fixation de l'oxygène pour former à température ambiante de fins films d'oxyde sur l'aluminium. Le premier modèle, dû à MOTT, suppose que des électrons du métal traversent par effet tunnel, le fin film d'oxyde jusqu'à des niveaux accepteurs constitués par la formation sur la surface d'ions O^- ou O_2^- par l'oxygène chimisorbé. Le champ électrostatique dans le film, qui résulte de la création de ces ions en surface, facilite le transport à travers l'oxyde des ions d'aluminium qui se combinent aux ions d'oxygène lorsqu'ils parviennent en surface. Ce modèle prévoit une vitesse de croissance de l'oxyde indépendante de la pression et inversement proportionnelle au logarithme du temps qui a été vérifiée expérimentalement à la pression atmosphérique. Le second modèle dû à TRAPNELL et adapté à l'aluminium par ELEY et WILKINSON puis KIRK [105] suppose la chimisorption d'oxygène neutre sur la surface de l'oxyde et un mécanisme local d'échange entre atomes d'aluminium et atomes d'oxygène chimisorbés. Ce second modèle prédit une croissance de l'épaisseur du film logarithmique avec le temps et qui dépend de la pression; elle a été vérifiée expérimentalement dans la gamme des pressions partielles d'oxygène sec comprises entre 10^{-3} et 10 torr et correspond vraisemblablement à nos conditions de chimisorption dans l'enceinte à vide.

Pour savoir si sur un métal déterminé la couche d'oxyde est protectrice ou non, on considère en général le rapport des volumes spécifiques de l'oxyde et du métal (rapport de Pilling-Bedworth) : si ce rapport est inférieur à 1, l'oxyde ne couvre pas entièrement le métal et il n'est pas adhérent; si ce rapport est bien supérieur à 1, l'oxyde occupe un volume trop important et se détache du métal de sorte que l'oxydation se poursuit sans arrêt. CHALMERS {106} donne les valeurs suivantes du rapport de Pilling-Bedworth pour les métaux qui nous intéressent :

{couche protectrice : aluminium 1,28; cuivre 1,68, Nickel 1,52
couche non protectrice : argent 1,59.

Ces valeurs suggèrent que l'aluminium a un oxyde plus adhérent que les autres métaux utilisés mais bien d'autres facteurs peuvent modifier cette conclusion : les tensions développées au sein du film d'oxyde dépendent en effet non seulement de sa structure et de son épaisseur mais aussi de la rugosité superficielle du métal, des contraintes résiduelles dans le métal, d'éventuelles conditions d'épitaxie.

BRADHURST {107} a montré que les propriétés mécaniques à l'air de films fins d'alumine sont très nettement différentes de celles de l'oxyde massique, que les films soient détachés ou non de leur substrat métallique. Les films sont 5 fois plus résistants que l'oxyde massique (100 kgf/mm^2 contre 20) et beaucoup plus facilement déformables même pour des films de 1500 Å (quelques % de déformation à rupture contre $7 \cdot 10^{-3}$ pour l'oxyde massique). Les mêmes conclusions doivent valoir pour les films amorphes ou quasi amorphes sur d'autres métaux.

Les propriétés du film dépendent beaucoup de sa structure et de son épaisseur, mais les propriétés mécaniques comparées du métal et de l'oxyde massique permettent néanmoins de se faire une idée des possibilités de rupture du film superficiel par la déformation du métal sous-jacent. Par exemple les duretés Vickers respectives du métal et de l'oxyde sont de 15 kgf/mm^2 et 1800 kgf/mm^2 pour l'aluminium, 40 et 130 kgf/mm^2 pour le cuivre : bien que le film soit structurellement plus adhérent sur l'aluminium que sur le cuivre, il épouse beaucoup plus difficilement les déformations du métal sous-jacent que celui sur le cuivre plus épais mais aux propriétés mécaniques assez voisines du métal.

GROSSKREUTZ {108} a montré que le module d'Young de fins films d'oxyde d'aluminium amorphe est multiplié par 4 sous haut-vide ($5000 \rightarrow 20000 \text{ kgf/mm}^2$). Cet accroissement réversible, qui augmente par ailleurs avec le temps de pompage, est très vraisemblablement dû à la désorption de vapeur d'eau et à la transformation de la couche poreuse pré-mentionnée. La contrainte de rupture du film en est accrue ($\sim 25 \text{ kgf/mm}^2$) et la déformation à rupture abaissée sous vide ($\sim$ de 10^{-2} à 10^{-3}). Le séjour dans l'ultra-vide fragilise donc le film d'oxyde au cours des déformations interfaciales.

2) Influence du film d'oxyde sur les glissements superficiels.

On traite en général le problème élémentaire de l'interaction d'une dislocation avec un interface par la méthode des images ([94] p.44). Par exemple, une dislocation-vis, de vecteur de Burgers $\vec{b}$, dans un milieu de module de glissement μ , parallèle et à la distance d de la surface libre, est attirée vers celle-ci par une force $\frac{\mu b^2}{4\pi d}$ inversement proportionnelle à la distance d tandis que son énergie est $\frac{\mu b^2}{4\pi} \ln \frac{2d}{b_0}$ (b_0 rayon du coeur de dislocation). La méthode s'applique approximativement à une dislocation coin et donne des résultats comparables. Une dislocation libre de prendre la configuration la plus stable en dehors de toute autre interaction, devrait donc arriver normalement à la surface. Pour émerger sur une surface libre une dislocation coin doit créer une marche de hauteur b donc céder une énergie γb par unité de longueur (γ énergie superficielle du métal) : elle ne pourra le faire que si son énergie près de la surface est supérieure à $\gamma b \approx 0,1 \mu b$. En fait, ces énergies sont du même ordre de grandeur et les dislocations n'ont pas trop de difficulté à émerger d'une surface propre.

Si on considère maintenant l'interface S de 2 milieux de modules de glissements respectifs μ et μ' et une dislocation vis, parallèle et à une distance d de S dans le milieu caractérisé par μ , on montre qu'elle est attirée par l'interface, si $\mu' < \mu$ et repoussée si $\mu' > \mu$, la force d'interaction variant en $1/d$.

Considérons enfin un milieu de constante μ' et d'épaisseur finie h à la surface S d'un milieu de module de glissement μ . Si $\mu' < \mu$ les dislocations dans le milieu μ sont attirées par la surface S . Si $\mu' > \mu$ elles sont repoussées par S si elles se trouvent à des distances de l'interface $d \ll h$, attirées si l'épaisseur h est faible ou si $d \gg h$. Toute autre interaction mise à part, les dislocations ont ainsi une position d'équilibre stable à une distance de l'interface de l'ordre de h . Les couches d'oxydes pour lesquelles en général $\mu' > \mu$ contrarient ainsi la sortie des dislocations et l'apparition en surface des marches de glissement. Certains auteurs tels KRAMER et al (cf chapitre I) ont montré que le fait d'enlever la couche d'oxyde juste après déformation déconsolide superficiellement le métal et peut même parfois donner lieu à une petite déformation supplémentaire. CONNERS [109] a trouvé pour expression de la force d'interaction sur une dislocation coin, parallèle à l'interface μ/μ' à une distance d , et dont le plan de glissement est perpendiculaire à la surface :

$$F = \frac{\mu b}{4\pi(1-\nu)} \frac{1}{h+d} \left[1 - \left(\frac{\mu}{\mu+\mu'} \right)^2 \left(A + \frac{h}{h+d} B \right) \right]$$

$$\text{où } A = (1-\nu) \left(\frac{1}{1-2\nu} + \frac{1}{2-\nu} \right), \quad B = \frac{1-\nu}{4} \left(\frac{2+4\nu}{1-2\nu} - \frac{1}{2-\nu} \right)$$

et ν est le coefficient de Poisson supposé identique pour les 2 milieux. Si on adopte la valeur $\nu = 1/3$ l'expression de F devient :

$$F \sim \frac{\mu b}{8} \frac{1}{h+d} \left[1 - \left(2,4 + \frac{1,6h}{h+d} \right) \left(\frac{\mu'}{\mu + \mu'} \right)^2 \right]$$

Il est facile de voir alors qu'en l'absence de toute autre interaction la dislocation ne peut rester bloquée à une distance d'équilibre finie de l'interface que pour $1 < \frac{\mu'}{\mu} < 1,8$. Cette condition est généralement vérifiée par les couches d'oxydes métalliques mais ne l'est plus si le séjour au vide augmente le module élastique comme le prétend Grosskreutz pour l'aluminium. D'attractive, à grande distance, l'interaction du film devient répulsive lorsque $\mu' > 1,8\mu$. Par ailleurs, plus la couche est épaisse plus la valeur d'équilibre d_0 de d est grande. Si la dislocation $\vec{L}$ glisse vers la surface sous l'influence d'une force appliquée $\vec{F} = \vec{b} \cdot \vec{\sigma} \wedge \vec{L}$ et si elle ne rencontre aucune autre interaction (joint, dislocations, impuretés) elle va soit glisser plus rapidement au voisinage de la surface si $\mu' < \mu$, soit prendre une position d'équilibre plus proche de l'interface ($d_0' < d_0$) si $\mu' > \mu$. Il est évident que d_0' est d'autant plus petit que F est grande, mais il convient de préciser que la théorie élastique cesse d'être applicable lorsque d_0' est de l'ordre de b . La couche superficielle (film d'oxyde ou bande perturbée par le sciage de certains échantillons), même lorsqu'elle est exactement épitaxiale, peut ne pas être traversée par les dislocations. Un film d'oxyde amorphe par exemple, ne peut pas se déformer élastiquement, pour épouser la forme de la marche de glissement et 2 possibilités sont à envisager : la couche superficielle sans se rompre se décolle du métal au niveau de la marche en accommodant les elongations différentielles par glissement élastique sur le substrat, ou bien, elle se cisaille au niveau de la marche en exposant des surfaces métalliques fraîches (en l'occurrence une portion du plan de glissement). Comme l'a suggéré GROSSKREUTZ {108} (pour expliquer la réduction des glissements superficiels sur de l'aluminium cycliquement déformé sous vide), le module d'Young du film d'oxyde peut conditionner l'attraction des dislocations par la surface et sa résistance mécanique l'apparition des marches superficielles. Ce même auteur justifie la forte densité de dislocations-dipôles juste sous la surface par les accroissements simultanés sous vide du module élastique et de la résistance du film.

Les nombreux travaux de KRAMER et son équipe sur l'influence des surfaces dans les premiers stades de déformation plastique (cf chapitre I) font état d'une couche sous la surface plus riche en dislocations dont l'oxyde superficiel augmenterait la vitesse de formation. Nous avons vu d'ailleurs que l'existence de cette couche est controversée, notamment par FOURIE, qui a observé au microscope électronique une diminution de la densité de dislocations près de la surface de monocristaux de cuivre préalablement déformés.

Aux fortes compressions les lamelles de glissement sur les faces d'adhésion opposées s'interpénètrent et se chevauchent. Le film d'oxyde est alors cisailé et morcelé. Certains fragments sont littéralement enfouis sous l'interface à des profondeurs de l'ordre du micron, déterminées en fait par l'arrivée des dislocations à l'interface (hauteurs des marches de glissement sur chacune des faces). La distribution des particules d'oxyde près de l'interface est un facteur important de durcissement et de fragilisation. Il faudrait également savoir si l'oxyde est "mouillé" ou non par le métal. On admet en général $\{110\}$ qu'une particule le long d'un joint de grains n'est pas mouillée si $2\gamma_{o.m} > \gamma_j$; mais si l'énergie moyenne d'un grain γ_j est à peu près connue, il n'en est pas de même de l'énergie d'interface oxyde-métal. Il est possible que l'oxyde de cuivre (couvert de surcroît de molécules adsorbées) ne soit pas mouillé par le métal, alors que l'oxyde d'aluminium, réputé très adhérent (donc caractérisé par une faible valeur de $\gamma_{o.m}$) le soit. De même, les particules superficielles résultant de la dissociation ou de la réduction sous vide de l'oxyde d'argent et couvrant les surfaces d'adhésion d'argent usinées à l'atmosphère ne sont pas assimilées par la matrice à température ambiante. Ceci n'empêche pas d'ailleurs une certaine adhésion entre particules et matrice puisque $\gamma_p + \gamma_m - \gamma_{pm} > 0$.

En dehors de l'influence propre du film d'oxyde, 3 points semblent justifier un blocage des dislocations sous la surface : concentration géométrique des contraintes à la base des marches de glissement, distorsion et relaxation asymétriques du réseau au voisinage d'une surface, possibilités de glissements multiples locaux au voisinage de glissements primaires bloqués. Il est évident que la structure superficielle introduite par polissage mécanique joue un rôle parallèle au film d'oxyde dans le blocage des premiers glissements interfaciaux.

3) Déformations interfaciales et établissement de l'adhésion.

a) Distances d'interaction.

Lorsque les 2 surfaces sont rapprochées plusieurs types de liaisons plus ou moins fortes peuvent intervenir successivement ou simultanément. BOWDEN et de nombreux auteurs estiment que les forces électrostatiques de Coulomb ne prédominent qu'en dessous de 20 Å. Au-delà, il distingue 2 domaines d'action des forces de Van der Waals : pour les distances entre surfaces parallèles h inférieures à quelques centaines d'Å, l'attraction résultante serait en h^{-3} tandis qu'au-delà et jusque vers quelques μ elle serait en h^{-4} (potentiels retardés). L'équipe de Bowden a pu déterminer expérimentalement les forces d'attraction correspondantes entre surfaces atomiquement planes de mica. Ils ont trouvé 300 kgf/cm² pour $h = 20$ Å, 1,5 kgf/cm² pour 100 Å, 10⁻⁵ kgf/cm² pour 10³ Å. Les forces d'attraction à l'interface de nos échantillons en compression sont donc négligeables devant les contraintes appliquées à partir d'une distance de séparation de l'ordre de 100 Å. Cette hauteur correspond sensiblement à celle d'une

marque de glissement fin. Les bandes de glissement produisent par contre des dénivellations qui soustraient de larges portions de surface d'une attraction appréciable.

Lorsque des déformations plus importantes réduisent l'interface, seules les portions de surface séparées de moins d'une centaine d'Å contribuent de manière appréciable à l'adhésion globale. Même pour ces rapprochements, l'adhésion entre 2 films d'oxyde de quelques dizaines d'Å est très faible car les liaisons dans l'oxyde sont très dirigées et la probabilité de cohérence des orientations cristallographiques de part et d'autre de l'interface négligeable. Par contre, pour des lamelles de glissement débarrassées de l'oxyde et rapprochées de quelques distances interatomiques, les forces d'interaction sont suffisantes pour engendrer des déplacements atomiques superficiels. Nous y reviendrons plus loin. L'établissement d'un "joint" élémentaire d'adhésion exige donc le rapprochement à moins d'une dizaine d'Å de 2 portions de surface non contaminées.

Il serait intéressant de pouvoir apprécier l'effet tunnel des électrons de conduction à travers les films adsorbés. Pour l'oxyde, HOLM [37] a montré que l'effet tunnel diminue très vite avec l'épaisseur et cesse de jouer au-delà de 100-120 Å. Un film d'une centaine d'Å constitue donc une barrière complète à l'adhésion (blocage des glissements de surface et des échanges électroniques).

b) Surfaces d'adhésion usinées à l'atmosphère.

Aux premiers stades de compression le film d'oxyde joue le rôle d'obstacle superficiel envisagé précédemment. Pour l'aluminium au moins, l'accroissement sous vide du module élastique et de la résistance du film empêche d'abord la formation des marches de glissement, surtout si un polissage électrolytique préalable a fortement réduit les localisations de contraintes. A partir d'une charge moyenne de l'ordre de celle de rupture en traction (ou par suite de cisaillements imposés aux surfaces), l'oxyde se disloque sous les aspérités de contact. Certaines marches de glissement sur les faces opposées entrent en contact en quelques rares points de concordance mais la double couche d'oxyde (quelques dizaines d'Å) "supporte" encore la plus grande partie de la charge. La déformation plastique de la base des aspérités de contact se transmet à des zones qui ne sont pas encore directement comprimées (dénivellations des bandes de glissement). Les glissements correspondants peuvent être suffisants pour rompre localement l'oxyde et découvrir à l'interface des portions non contaminées de plans de glissement. Pendant que la compression se poursuit, la déformation très importante au niveau des premières aspérités de contact s'accompagne de distorsion des lamelles de glissement et de réarrangements atomiques sur les portions de surface séparées par 2 ou 3 distances interatomiques : on arrive ainsi très localement à la coïncidence de 2 surfaces vicinales de l'orientation {111} appartenant chacune à un demi-échantillon. Ainsi naît une surface élémentaire de joint de grains avec une coïncidence planaire et non directionnelle (joint de torsion). En d'autres

zônes, moins fréquentes, l'inverse peut se produire (joint de flexion).

Les portions élémentaires de surfaces débarrassées du film superficiel sont toujours des zones de concentration géométrique des contraintes de compression (rayon de courbure important). Les glissements presque normaux à l'interface activés dans certains grains favorablement orientés sont évidemment plus aptes à cisailier le film mais la probabilité de coïncidence à l'interface des marches de glissement assez hautes ainsi découvertes est réduite, à moins de fortes rotations "superficielles" du réseau. Les glissements déviés favorisent de telles rotations et sont un facteur important de "l'accommodation" interfaciale. Compte tenu de la forte énergie de faute d'empilement de l'aluminium ($\approx 200 \text{ erg/cm}^2$) et de la faible dissociation correspondante des dislocations les déviations apparaissant à la température ambiante pour 2% de déformation et sont nettement visibles sur nos surfaces d'adhésion comprimées. Par contre, il faudrait des déformations voisines de 10% et 20% pour les atteindre, respectivement sur nos échantillons de cuivre et d'argent. L'intérêt de la prétraction des rubans d'aluminium juste avant la compression des faces d'adhésion (chapitre III,F) réside autant dans la création de surfaces "fraîches" sur les lamelles de glissement superficielles qui ont cisailé le film d'oxyde que dans la localisation de glissements déviés prononcés sur les irrégularités de relief correspondantes.

c) Surfaces d'adhésion obtenues par rupture sous vide.

Dans ce cas, même pour une chimisorption initiale importante sur les surfaces d'adhésion l'épaisseur du film est de l'ordre de la monocouche. Nous avons vu que la rupture ductile a couvert les surfaces de décohésion (en pointe ou en cône et cratère) de cupules de taille inférieure ou égale au micron. De plus, ces surfaces comportent à une échelle plus fine encore de nombreux gradins irréguliers correspondant à l'émergence de dislocations. La compression est donc caractérisée à l'échelle globale comme à l'échelle microscopique par de très importantes concentrations de contraintes tri-axiales. Les déformations correspondantes n'ont aucun mal à faire désorber la couche physisorbée (l'hydrogène est le constituant essentiel de l'atmosphère résiduelle de l'enceinte). Pour les films chimisorbés (à certains essais), leur épaisseur relativement faible ($< 10 \text{ Å}$) n'empêche pas une certaine interaction de 2 réseaux métalliques (forces de Van der Waals, échanges électroniques par effet tunnel). Les glissements interfaciaux n'ont aucune difficulté pour traverser de telles épaisseurs et créer des facettes non contaminées susceptibles d'adhésion métallique. Il n'y a guère d'interaction entre le film superficiel et les dislocations; d'ailleurs la très forte densité de dislocations ($\approx 10^{12}/\text{cm}^2$) introduite par la rupture initiale ôte tout intérêt à la question. Toute la compression s'effectue au stade des glissements déviés, tout au moins pour l'aluminium. Lorsque les surfaces opposées viennent localement en contact il y a interaction des 2 réseaux de dislocations sous les micro-zônes correspondantes. Ces interactions ne peuvent jouer que sur quelques centaines d'Å

mais elles sont susceptibles d'activer (ou de bloquer suivant le cas) certains glissements déviés d'*accommodation*. Dans certains cas exceptionnels de cohérence certaines dislocations peuvent traverser l'interface (ou être absorbées par celui-ci et donner lieu à un nouveau glissement dans le réseau opposé). Le plus souvent, la *consolidation* introduite par l'interface entre 2 grains en "contact d'adhésion" est du type *intergranulaire*. Toutefois, sur une coupe longitudinale attaquée chimiquement après polissage électrolytique, la ligne très irrégulière séparant 2 grains adhérents est souvent marquée de figures de corrosion denses et enchevêtrées dont est dépourvue la zone d'adhésion recristallisée d'échantillons d'aluminium très pur. Ces figures révèlent de très fortes désorientations accommodées par des dislocations intergranulaires, ainsi que des microvides non perceptibles au microscope optique. Pour les échantillons à très gros grains il est possible qu'en tête de certains empilements débouchant sur l'interface apparaissent pour les fortes compressions des dislocations à coeur creux. Ces dislocations, rares, {cf {94} p.23) sont des *dislocations multiples* qui ne sont stables que pour des vecteurs de Burgers supérieurs à 3 distances interatomiques.

La mobilité des lacunes à température ambiante dans l'aluminium permet d'envisager plutôt pour ce métal des *condensations locales* de lacunes (boucles ou croissance de pores) le long de l'interface, la surconcentration à saturation de ces défauts ponctuels étant produite par l'écrouissage. Les particules, résidus du film chimisorbé dispersé le long de l'interface, peuvent favoriser cette condensation.

De telles microcavités interfaciales ou celles résultant de l'absence d'adhésion à la base de marches de glissement peuvent avoir une influence sur la distribution locale des dislocations. On peut montrer par la méthode des images ({94} p.47) que les dislocations sont attirées par une rangée de cavités de rayon R sur une bande de l'ordre de $2R$ de part et d'autre de la ligne des centres. Il est évident que nous n'envisageons ici que des microcavités de quelques centaines d'Å dont les dimensions sont comparables au pas du réseau de dislocations. Les cavités plus grosses visibles au microscope correspondent à des désajustements intergranulaires.

d) Echantillons sciés.

La chimisorption gazeuse affecte beaucoup plus l'adhésion de ces échantillons que celle des échantillons rompus sous vide. On peut invoquer évidemment les contraintes globales plus importantes localisées à l'interface de ces derniers échantillons. La *taille extrêmement fine des grains* dans la bande perturbée par le sciage détermine en fait les conditions d'adhésion : la déformation et la consolidation du métal sont essentiellement intergranulaires et les glissements intragranulaires sont très réduits. Les lignes de glissement fin sur les surfaces d'adhésion sont donc très peu développées même aux très fortes compressions : les films d'oxyde superficiel ne peuvent être disloqués qu'au niveau des joints. Les *grains d'interface restent recouverts par le film* sans que des facettes fraîches puissent déboucher à l'interface. La bande interfaciale quasi-amorphe uniformise la répartition des contraintes donc

réduit la densité des microcavités visibles au microscope, mais sans doute pas celles bien inférieures à la taille du grain. L'importante surface relative des joints interfaciaux offerte à l'adsorption gazeuse avant compression et la diffusion d'hydrogène le long des rayures de sciage faiblement comprimées réduisent les forces d'interaction des surfaces opposées. Ces forces ne peuvent guère atteindre le niveau de cohésion propre du métal malgré une très bonne coïncidence apparente des surfaces d'adhésion au microscope.

Pour les échantillons d'aluminium ayant subi une *sublimation interfaciale* de titane, celui-ci se présente sous forme de petits agglomérats (planche XXXIII) vraisemblablement cristallisés et très irrégulièrement distribués. On peut considérer ces agglomérats comme des inclusions très dures (dureté Brinell du titane 220 kgf/mm^2), recouvertes d'une mince pellicule chimisorbée (effet de getter après sublimation) plutôt que comme un film continu. Néanmoins, la coupe longitudinale de l'échantillon 60 (planche XXXI) montre une couche locale de 2 ou 3μ adhérente au métal adjacent sans porosité détectable aux forts grossissements du microscope à balayage. La microsonde électronique révèle par ailleurs (en balayage X, puis électronique) des portions d'interface comportant des agglomérats individuels de titane et des portions qui en semblent dépourvues (à la sensibilité près de l'appareil). Malgré la forte affinité chimique pour les gaz résiduels de l'enceinte et la très grande dureté du titane, les particules de ce métal sublimé sont donc assimilées par la matrice d'aluminium. Il est tentant d'établir un parallèle avec les particules dures d'oxyde d'aluminium provenant de films disloqués sur des surfaces d'adhésion.

C - CROISSANCE DU JOINT D'ADHESION.

1) Phase de fluage sous la compression maximum.

Nos essais sur échantillons rompus sous vide ont montré que des surfaces propres de métaux à point de fusion aussi différents que l'aluminium, le cuivre ou le nickel étaient susceptibles d'une adhésion comparable à leur cohésion propre massique après compression et décharge continues à température ambiante en une dizaine de mm. Pour être précis, il faudrait déterminer le seuil d'adhésion où les interactions sont de type métallique avec la symétrie du métal interne, c.a.d. celui où les fonctions d'onde associées ainsi que le potentiel d'extraction ne présentent plus de perturbation à l'ex-interface. Nos conclusions reposent sur des recoupements de mesures de décohésion, sur l'examen de coupes longitudinales et sur l'observation de faciès de rupture de décohésion absolument identiques à des faciès de rupture massique. Compte-tenu des propriétés mécaniques différentes des métaux utilisés, l'évolution de l'aire effective d'interaction (rapprochement des 2 surfaces à moins de $10 \text{ \AA}$) est évidemment très différente suivant chacun d'eux. Nous avons cherché à l'apprécier notamment par le temps et le niveau de fluage sous la compression maximum d'un essai. Il est très difficile de préciser les conditions de ce fluage dans la bande interfaciale : les grains non jointifs présentent

d'une part des possibilités de déformation qui n'existent pas en volume, les contraintes ont d'autre part dans cette zone un caractère triaxial très prononcé accompagné de très fortes concentrations locales, enfin les inclusions (oxyde, molécules adsorbées) ou les gaz occlus peuvent y atteindre une concentration importante.

La vitesse de fluage dépend à basse température des obstacles au glissement des dislocations susceptibles d'être franchis par les fluctuations d'agitation thermiques. Pour nos polycristaux assez fortement déformés ce sont essentiellement la friction due aux défauts cristallins (dislocations-forêt, dislocations presque sessiles, impuretés, précipités) et éventuellement les obstacles aux déviations.

A la température ambiante pour nos essais sur l'aluminium l'activation thermique des glissements déviés est le mécanisme qui contrôle le fluage avec une énergie d'activation de 27 400 cal/mole ({97} p.525). Dans le domaine du fluage parabolique, comme dans celui du fluage secondaire susceptible d'intervenir dans les zones très fortement contraintes, la déformation de fluage dépend donc du temps compensé $t \exp - \frac{27400}{RT}$ c.a.d. à température ambiante $10^{-20} t$. A 100°C la déformation de fluage serait multipliée par près de 10^4 pour un même temps sous charge (toutes autres conditions équivalentes par ailleurs)...

La faible énergie de faute d'empilement du cuivre et surtout de l'argent (dislocations très dissociées) donne lieu à une énergie d'activation des glissements déviés très importante ({97} p.521). L'agitation thermique du fluage ne peut activer de telles déviations que vers la moitié de la température absolue de fusion du métal, certainement pas à la température ambiante.

Pour envisager les possibilités de fluage interfacial de nos échantillons de cuivre ou d'argent nous allons rappeler brièvement un modèle de durcissement [111] pour un écrouissage correspondant à un réseau de dislocations assez dense et uniforme. On admet que chaque dislocation mobile zigzague entre les arbres attractifs A qui percent son plan de glissement, en évitant les arbres répulsifs R (fig.5). On trouve ainsi dans la friction un *terme athermique* σ_a (déformation instantanée) qui permet à la dislocation mobile de vaincre les interactions à grandes distances avec les arbres, surtout attractifs : $\sigma_a \sim \frac{\mu b}{4} \sqrt{\rho_F}$ (ρ_F densité de la forêt). La création des crans au croisement même des arbres n'introduit une friction supplémentaire que quand le croisement se produit à une position d'énergie maxima de la dislocation mobile, c.a.d. à la traversée d'un arbre répulsif, et quand l'axe de dislocation est en train de s'arracher d'un arbre attractif. Le *croisement par activation thermique lors du fluage* correspond d'après SAADA à une énergie d'activation $U \sim 2U_c - (\sigma - \sigma_a) b.d.l$ c.a.d. à l'énergie de formation des 2 crans $2U_c$ ($U_c \sim \frac{\mu b^2 d}{30}$ si d est la largeur de dislocation dissociée) diminuée du travail de la contrainte durant la traversée de l'arbre répulsif (l'arc mobile de longueur l avance dans sa vibration d'une distance comparable à la largeur d de l'arbre et se libère de la branche attractive A). Remarquons que σ_a est une fonction croissante de la défor-

mation et que c'est cette croissance de la densité de dislocations qui limite en fait le fluage à basse température. D'ailleurs l'apparition de cellules dans le dernier stade de déformation de nos échantillons initialement rompus rend inapplicable le modèle précédent.

Le renforcement des parois de dislocations et la création de sous-joints de polygonisation pendant le fluage des échantillons d'aluminium pur affecte évidemment les possibilités de recristallisation à température ambiante (nous envisagerons la montée des dislocations dans l'aluminium pur du paragraphe suivant). La formation de sous-joints près de l'interface peut être considérablement réduite par d'éventuelles particules d'oxyde.

La phase de fluage a pour effet de créer sur les portions de surfaces non accolées à l'interface des *lignes de glissement fines* d'autant moins hautes et espacées que la contrainte appliquée est plus forte. En fait, ces lignes apparentes ne représentent qu'une partie de la déformation, le reste correspondant à des glissements non perceptibles au microscope. L'influence de ces glissements fins sur les ajustements des facettes d'adhésion et le rapprochement à quelques distances interatomiques de nouvelles surfaces fraîches élémentaires semble justifier l'influence du facteur temps sous charge principalement pour les faibles compressions des surfaces contaminées du cuivre.

Il faut ajouter que, pendant le fluage, certains grains interfaciaux astreints du fait du comportement massique à une déformation totale (élastique et plastique $\epsilon_e + \epsilon_p$) constante sont momentanément soumis par le jeu du fluage de leurs voisins à des variations de contraintes $\frac{d\sigma}{dt} = E \frac{d\epsilon_e}{dt}$. Il se produit alors une relaxation plastique des contraintes élastiques. On montre que cette relaxation est de type logarithmique $\sigma = \sigma_0 - \alpha \ln(1 + vt)$ donc que $\epsilon_p = \epsilon_0 + \frac{\alpha}{E} \ln(1 + vt)$. La diminution de l'énergie élastique interfaciale pendant le fluage réduit la fragilité de la zone d'adhésion lors de la décohésion.

La densité des dislocations qui restent dans les grains interfaciaux en fin de fluage conditionne la *ductibilité des jonctions interfaciales* donc également la fragilité à la décohésion. WILLIAMS {112} a étudié l'énergie emmagasinée dans le cuivre déformé à température ambiante. Il a montré que la vitesse de déformation a un effet mineur sur cette énergie qui est de 14 cal/mole (0,22 cal/g) pour une déformation de 40%. Pour cette déformation, un accroissement de la taille du grain par un facteur de 10 réduit l'énergie emmagasinée de 1 cal/mole. La moitié de l'énergie doit être à peu près cédée par la restauration (annihilation mutuelle d'une partie des dislocations, réarrangements d'autres) avant recristallisation. La densité des dislocations est sensiblement proportionnelle à l'énergie emmagasinée. On peut comparer les résultats précédents à ceux de CLAREFROUGH et HARGREAVES {113} pour du cuivre OFHC (99,98%) déformé en compression.

Déformation en %	Energie emmagasinée cal/g	Densité de dislocations en cm^{-2}	
		Mesures d'énergie	Densités de lignes
30	0,095	$8,5 \cdot 10^{10}$	$4 \cdot 10^{11}$
70	0,148	$1,3 \cdot 10^{11}$	$8 \cdot 10^{11}$

Il convient d'étudier maintenant les réarrangements atomiques sur les portions quasiment accolées, l'élimination des défauts ponctuels créés par écrouissage, d'une façon générale l'influence des mécanismes diffusionnels.

2) Influence des mécanismes diffusionnels.

a) Défauts ponctuels créés par la déformation plastique.

Au niveau des premières zones de contact, surtout celles de faible rayon de courbure, les contraintes sont très élevées et la vitesse des dislocations mobiles variant en σ^m (où m est grand) peut être grande. Il n'est donc plus question dans ces zones d'équilibre thermodynamique et la concentration instantanée en défauts ponctuels peut être très supérieure à la valeur d'équilibre.

α) Mécanismes de création ([94] p.273).

Certains auteurs ont invoqué le déplacement rapide de dislocations presque vis contenant des crans, mais la formation de défauts ponctuels (lacunes et interstitiels) s'explique surtout par l'annihilation rapide de portions de dislocations autres que vis situées dans des plans voisins. FRIEDEL ([94] p.117) considère par exemple 2 dislocations arbitraires de vecteurs de Burgers opposés qui se développent dans des plans parallèles voisins : en arrivant à proximité, elles forment un dipôle qui s'annihile avec production de défauts si l'attraction des 2 branches est suffisante pour produire leur montée. Comme l'énergie de formation d'un défaut ponctuel est importante ($\sim \frac{\mu b^3}{5}$ pour une lacune) l'annihilation n'a lieu que pour des plans de glissement séparés de quelques distances interatomiques.

Ce cas peut se présenter dans les sources de Franck-Read, au moment de la recombinaison si les 2 portions de dislocations ne sont pas dans le même plan atomique, ou pour 2 sources se développant dans des plans voisins.

Le mécanisme le plus efficace pour la formation de défauts ponctuels au cours d'une déformation plastique se produit quand une dislocation mobile coupe une forêt de dislocations fixes qui l'attirent ([11]). La dislocation mobile se combine d'abord le long des segments CD, C'D', C'D'' avec les dislocations AB, A'B', A''B'' de la forêt (réactions de Hirsch). La figure 6 montre comment la dislocation mobile se

sépare ensuite des dislocations fixes. Si le vecteur de Burgers de ces dernières n'est pas parallèle au plan de glissement de la dislocation mobile, il se forme des crans et les branches CD et C'D' ne sont pas dans un même plan réticulaire : des défauts ponctuels peuvent se former alors dans les régions PP' presque parallèles et dans des plans voisins. Les portions de boucle se raccordent ensuite avec un certain angle et une grande énergie cinétique (elles échappent à une position d'équilibre métastable). La montée rapide pousse le cran de O en Q créant ainsi une rangée de défauts. Ce mécanisme donne naissance à autant de lacunes que d'interstitiels. En admettant que $\overline{OQ}$ est proportionnel à la taille l d'une maille du réseau de dislocations : $\overline{OQ} = Al$, SAADA trouve comme concentration de défauts produits

$$C = \frac{A}{\mu} \int_0^{\epsilon} \sigma d\epsilon \quad . \text{ Dans le domaine de déformation linéaire des métaux cubiques-à-faces}$$

centrées, on arrive ainsi à une concentration de l'ordre de $10^{-4} \epsilon^2$ en accord avec de nombreux résultats expérimentaux. Pour de nombreux métaux, $0,05 < A < 0,10$. Pour les fortes déformations, il faut tenir compte de l'absorption de défauts ponctuels aux crans des dislocations.

Pour nos échantillons usinés à l'atmosphère, hormis ceux d'aluminium pour lesquels la migration des lacunes est déjà importante à température ambiante, on peut envisager, avec les compressions couramment utilisées, des concentrations en lacunes sous les aspérités de contact de l'ordre de 10^{-6} - 10^{-5} . Pour les échantillons initialement rompus, la forte densité de dislocations introduite ($\sim 10^{12} \text{ cm}^{-2}$) limite sans doute en compression la concentration des lacunes dans la zone interfaciale.

β) Elimination des défauts ponctuels.

Dans le métal déformé les dislocations sont si nombreuses qu'elles se comportent comme les puits essentiels des défauts ponctuels et que l'interaction mutuelle de ces derniers est moins importante. Pour un réseau de dislocations régulier, de densité ρ , le nombre moyen de sauts nécessaires à ces défauts pour atteindre une dislocation dans un parcours au hasard est de l'ordre de $n \sim (\rho b^2)^{-1} \sim 10^{15} \rho^{-1}$. Ce nombre est plus fort lorsque la distribution des dislocations est inhomogène, comme par exemple au stade des glissements déviés ou après formation de parois de polygonisation dans l'aluminium pur. Les concentrations de défauts ponctuels éliminées sont de l'ordre de 10^{-5} - 10^{-4} pour des déformations comprises entre 5 et 50%. Les densités de dislocations correspondantes sont voisines de 10^{10} - 10^{11} cm^{-2} . Le nombre moyen de sauts pour atteindre une dislocation est donc du même ordre que celui pour rencontrer un autre défaut ponctuel.

L'énergie de formation d'un cran ([97] p.521) est de l'ordre de

$$\frac{\mu b^2 d}{30} \sim 4 \frac{d}{b} \text{ kcal/mole si } d \text{ est la largeur de la dislocation dissociée. En prenant}$$

$\frac{d}{b} \sim 1,5$ pour l'aluminium et $d/b \sim 10$ pour le cuivre ([94] p.158) on trouve à l'équilibre thermodynamique les concentrations de crans ($\sim \exp - \frac{4000d}{b RT}$) suivantes à température ambiante: aluminium $C_j \sim 5 \cdot 10^{-5}$, cuivre $\sim 10^{-29}$. En fait l'écroutissage crée de fortes surconcentrations en crans par interaction des dislocations. Dans le modèle de Saada par exemple (qui correspond à un réseau homogène de dislocations, donc à des déformations par trop fortes) on peut admettre qu'environ $\frac{1}{10b}$ défauts ponctuels sont formés par intersection d'un arbre attractif donc pour la création d'un cran. Pour les concentrations de défauts ponctuels pré-mentionnés ($C \sim 10^{-5} - 10^{-4}$) on trouve ainsi une concentration de crans $C_j \sim 10b \sqrt{\rho} \sim 10^{-6} - 10^{-5}$. La distance moyenne entre crans le long d'une dislocation est dans ces conditions de l'ordre de $\frac{10^5 b}{\sin \psi}$ (ψ angle de la dislocation et de son vecteur de Burgers).

BIRNBAUM [114] a trouvé 0,1 ev pour énergie de migration des *interstitiels* vers les dislocations dans le cuivre et 0,05 ev pour leur déplacement le long de ces dernières jusqu'à élimination aux crans. Le coefficient de diffusion des interstitiels vers les dislocations $D_i = v a^2 \exp - U_d/kT$ vaut donc pour le cuivre à température ambiante (en adoptant $v \sim 10^{13} \text{ s}^{-1}$, $a \sim 3 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$, $U_d \sim 0,1 \text{ ev}$) $D_i \sim 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$. Les *interstitiels* sont donc immédiatement éliminés sur les dislocations dans le cuivre, donc à fortiori pour l'aluminium.

En présence d'une très forte densité de dislocations le mouvement des lacunes formées par écroutissage n'est plus purement aléatoire : la lacune formée subit l'effet du potentiel d'interaction $V(r)$ dislocation-lacune (r distance lacune-dislocation), si bien que son équation de diffusion s'écrit $\partial C / \partial t = D_1 \nabla^2 C + D_1 \frac{\nabla(C \nabla V)}{k T}$.

WINTERBERGER [91] a montré que l'élimination des lacunes aux crans des dislocations dans l'aluminium déformé suit une loi du type $\frac{C}{C_0} \sim \exp \left[- \pi \rho \left(\frac{D_1 b^5}{5 k T} \right)^{0,5} t^{0,5} \right]$

Le coefficient de diffusion des lacunes $D_1 \sim v a^2 \exp - U_d/kT$ est voisin de $D_1 \sim 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{s}$ à température ambiante pour une énergie de migration $U_d \sim 0,50 \text{ ev}$. Pour les densités de dislocations $\rho \sim 10^{10} - 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ mentionnées plus haut correspondant à des concentrations de lacunes formées par écroutissage $C_0 \sim 10^{-5}$ l'élimination des lacunes à température ambiante est voisine de $C/C_0 \sim \exp (-0,1 t^{0,5})$. Environ 1 heure après compression, la concentration de lacunes est divisée par 1000. Remarquons que pour une énergie de formation voisine de 0,75 ev la concentration d'équilibre des lacunes dans l'aluminium serait à température ambiante de l'ordre de 10^{-13} et qu'il suffirait donc de quelques heures pour retrouver cette concentration après écroutissage.

Il n'en est pas du tout de même pour le cuivre. Contrairement à l'aluminium où l'effet de taille de la lacune est faible justifiant l'emploi d'un potentiel V en r^{-2} (différence des constantes élastiques matrice-lacune), on doit pour le cuivre faire intervenir cet effet de taille en adoptant un potentiel en r^{-1} . Dans ces conditions l'élimination des lacunes s'effectue en $C/C_0 \sim \exp - k t^{2/3}$. De toutes façons,

on admet que les lacunes ne sont pas mobiles dans le cuivre à température ambiante. Après écrouissage du cuivre à basse température, les stades de restauration observés sont difficiles à identifier. Les stades susceptibles d'intéresser nos essais sont les suivants ({115} p.98) :

Stade	Température °K	Energie d'activation e v	Identification
III	260	0,88	migration des bilacunes
IV	400	1,2	migration des bilacunes

Il est vraisemblable que l'élimination des lacunes formées par écrouissage s'effectue à température ambiante par l'intermédiaire des bilacunes. La concentration de celles-ci, supérieure à celle d'équilibre, est difficile à évaluer mais l'élimination s'effectue sans doute sur des temps qui dépassent largement la durée de nos essais.

Pour nos essais sur le cuivre vers 225°C (échantillon 38) la recristallisation a été assistée par la surconcentration de lacunes produite par la compression avant chauffage. Même à cette température, pour une concentration de l'ordre de 10^{-5} , une énergie de migration de lacune de l'ordre de 1 ev, la fréquence de sauts dans une direction donnée : $\Gamma_s = C_0 v \exp(-U_d/kT) \simeq 10^{-10}/s$ est encore infime, et la surconcentration n'a pas pu s'éliminer avant recristallisation.

Retenons que, même pour les échantillons d'aluminium, les lacunes formées lors de la rupture initiale ne sont qu'en faible partie éliminées et interviennent lors de la compression d'adhésion qui suit immédiatement la fin de celle-ci.

γ) Influence des lacunes créées par écrouissage sur la montée des dislocations.

A température ambiante cette influence ne peut intervenir que pour l'aluminium. Les lacunes parvenues aux dislocations se déplacent le long de celles-ci jusqu'aux crans où elles s'éliminent en faisant localement monter la dislocation. L'énergie de migration correspondante est supérieure à celle du déplacement vers les dislocations {114}. "L'épinglage" correspondant des dislocations réduit d'ailleurs les anomalies de constantes élastiques. Nous avons vu que la distance moyenne entre crans le long d'une dislocation est sans doute de l'ordre de $10^4 b - 10^5 b$. On ne se trouve donc pas dans les conditions de saturation des crans par les lacunes ({94} p.114). Dans ces conditions la sursaturation de lacunes exerce une force de montée importante sur les crans. L'énergie d'activation de la montée est donc l'énergie de migration U_d des lacunes et la vitesse de montée des dislocations est de l'ordre de $v \simeq$

$11 v b c_j c \exp - \frac{U_d}{kT} \simeq 10^{-13} \text{ cm/s}$ donc tout à fait négligeable. Même pour les aspérités

de contact très déformées les lacunes formées par écrouissage ont une part tout à fait négligeable dans l'activation des processus de montée de dislocations.

b) Influence de la diffusion massique sur l'adhésion des échantillons d'aluminium.

Dans sa forme traditionnelle (densité de dislocations moyenne et isotrope) son influence est évidemment négligeable à température ambiante. Même si on admet que la diffusion a opéré pendant $t \sim 10^3$ s (en fait nous avons obtenu de très bonnes adhésions pour un temps de compression et de décharge inférieur à 10^3 s) et que la surconcentration de lacunes formées pendant la déformation a été en moyenne $C \sim 10^{-6}$ pendant ce temps de diffusion (en fait elle évolue de 10^{-4} à 10^{-7} comme nous l'avons vu), la profondeur d'interpénétration des demi-échantillons est de l'ordre de $\sqrt{CD_1 t} \sim 3 \cdot 10^{-7}$ cm pour un coefficient de diffusion des lacunes à température ambiante $D_1 \sim 10^{-10}$ cm²/s (voir plus haut). Cette profondeur de pénétration d'une dizaine de distances interatomiques, dont l'estimation est déjà majorée, est en fait négligeable devant les irrégularités géométriques des surfaces d'adhésion. Pour des temps sous charge plus importants, nous avons vu que C reprend sa valeur d'équilibre (de l'ordre de 10^{-13}) en 4-5 heures si bien que la profondeur de diffusion n'évolue plus guère. En fait, les estimations précédentes sont très grossières car les grains interfaciaux sont davantage déformés et d'une manière beaucoup plus inhomogène (contraintes triaxiales) que les grains profonds. De plus, la présence d'un film superficiel sur les faces d'adhésion, même "morcelé" par les glissements, contrarie la diffusion tant que l'accroissement du trajet des atomes diffusant qui en résulte est de l'ordre de $\sqrt{Dt}$ ($D = CD_1$ coefficient d'autodiffusion).

c) Diffusion préférentielle le long des joints, sous-joints, dislocations.

Nous avons déjà mentionné la forte diminution de la taille du grain (jusqu'à quelques dizaines de μ) et la présence de sous-joints dans la zone interfaciale des échantillons initialement rompus (planches XVIII, XIX, XXII). La diffusion doit en être d'autant accélérée à température ambiante que la texture de déformation lors de la rupture a allongé les grains dans la direction de l'axe de l'échantillon et corrélié certaines orientations. On peut imaginer que les lacunes vont migrer préférentiellement à partir de l'interface le long des joints de grains, en particulier ceux sensiblement perpendiculaires à ce dernier, de manière à résorber peu à peu les microcavités interfaciales. Imaginons assez grossièrement un joint perpendiculaire à une couche interfaciale de concentration lacunaire constante. Si "l'épaisseur" e du joint (1 à 2 distances interatomiques) est caractérisée par un coefficient de diffusion D' supérieur à D massique, la solution approchée de Fisher montre qu'à l'abscisse x à partir du joint et à la profondeur y sous la couche interfaciale la concentration est modifiée au bout du temps t par le facteur

$\exp \left[- \left(\frac{4D}{\pi t} \right)^{1/4} \frac{y}{\sqrt{D'e}} \right] \operatorname{erfc} \frac{x}{2\sqrt{Dt}}$, donc le long du joint ($x=0$) par le seul facteur exponentiel. En l'absence d'une surconcentration de lacunes d'écrouissage on admet que l'énergie d'activation de la diffusion le long d'un joint est au moins égale à la moitié de l'énergie d'activation de la diffusion volumique : ceci conduit pour l'aluminium à la température ambiante à $D' \simeq 10^{-12} \text{ cm}^2/\text{s}$. En tenant compte par contre de cette surconcentration nous avons vu que $D \simeq 10^{-16} - 10^{-18} \text{ cm}^2/\text{s}$. Par suite la concentration le long du joint est affectée au bout de 10^3 s . par un facteur qui est encore très voisin de 1 à une profondeur $y \simeq 1 \mu$. De son côté la diffusion à partir du joint ($x \neq 0$), caractérisée par $\sqrt{Dt} \simeq 10^{-7} \text{ cm}$ et plus précisément

$$\operatorname{erfc} \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \simeq \frac{1}{10^{7x}} \exp(-10^{14} x^2) \text{ (où } x \text{ est exprimé en cm), est négligeable.}$$

Ainsi, à la température ambiante les joints à peu près perpendiculaires à l'interface se comportent comme de bons puits de lacunes interfaciales mais comme des courts-circuits de diffusion massique négligeables parallèlement à l'interface. Il est intéressant de noter qu'avec le modèle grossier précédent la pénétration lacunaire pour une concentration donnée varie en $t^{1/4}$ c.a.d. assez lentement.

Il serait encore plus délicat de schématiser les autres "courts-circuits" de diffusion susceptibles d'opérer à l'interface notamment les arrangements, particulièrement anisotropes à la diffusion, de dislocations en parois ou sous-joints.

d) Diffusion par imbrication des lamelles de glissement interfaciales.

En se basant sur la surconcentration de défauts ponctuels créés par la déformation plastique, un certain nombre d'auteurs (cf référence suivante) ont étudié la diffusion d'un film radioactif (traceur) comprimé entre 2 demi-échantillons métalliques à une température de l'ordre de la moitié de celle absolue de fusion de ce métal. Ils ont trouvé que le rapport du coefficient de diffusion du traceur D_ϵ pendant la déformation plastique (vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$) au coefficient de diffusion massique D sans déformation varie en $\frac{D_\epsilon}{D} = 1 + K |\dot{\epsilon}|$, où K est une fonction qui dépend du métal et décroît avec une augmentation de la température. Dans une analyse critique de ces travaux RUOFF {116} a montré que les glissements interfaciaux ont dans ces études une hauteur supérieure à la profondeur de pénétration du traceur et que par suite, aux températures assez élevées pré-mentionnées, il n'y a aucune preuve expérimentale d'un accroissement intrinsèque de la diffusion par déformation. Par contre, la variation de $\frac{D_\epsilon}{D}$ trouvée expérimentalement peut être très bien expliquée par la "diffusion mécanique" résultant de l'imbrication des lamelles de glissement interfaciales. En se chevauchant, les lamelles de glissement d'une face d'adhésion peuvent pénétrer dans le demi-échantillon opposé, comme nous l'avons déjà imaginé pour expliquer la dispersion interfaciale des films sur les surfaces d'adhésion. Le nombre N des lamelles d'interpénétration dépend d'une manière complexe de la densité et de la hauteur des marches de glissement sur les grains opposés,

donc pour une compression déterminée de la taille et de l'orientation de ces grains. Pour un échantillon donné N est grossièrement proportionnel à la déformation $|\epsilon|$. En admettant que les glissements élémentaires ont des amplitudes pas trop différents (les lignes de glissement fin de 50 à 200 Å), on peut supposer que statistiquement la profondeur de pénétration y'_ϵ est proportionnelle à $N^{1/2}$ donc à $|\epsilon|^{1/2}$. En tenant compte de la diffusion massive pendant le temps t d'une part, $y_\epsilon \propto [Dt + k|\epsilon|]^{1/2}$ et d'autre part $y_\epsilon \propto \sqrt{D_\epsilon t}$ par définition : on retrouve ainsi la variation expérimentale $D_\epsilon/D = 1 + K |\epsilon|$.

Il est très difficile en fait d'évaluer (surtout à relativement basse température) la profondeur d'interpénétration. A côté de la consolidation propre des grains débouchant sur les faces d'adhésion (aptitude aux glissements superficiels) et du durcissement intergranulaire déterminé par la taille des grains et éventuellement la texture de déformation, la géométrie des surfaces d'adhésion à l'échelle macroscopique et à l'échelle microscopique joue un rôle prédominant dans la répartition des contraintes triaxiales qui donnent naissance aux glissements interfaciaux. Comme nous l'avons déjà mentionné la densité (si les faces d'adhésion ne sont pas contaminées) et la "hauteur" (si un film d'oxyde doit être disloqué) des glissements sur l'interface sont sans doute les paramètres fondamentaux de l'autoadhésion métallique à température ambiante. Alors que ces glissements sont assez facilement bloqués à cette température pour le cuivre, par exemple, par l'interaction des déformations de la face d'adhésion opposée, les grandes possibilités de déviation pour l'aluminium permettent le déblocage à l'interface d'un bon nombre d'entre eux.

L'influence de la taille du grain interfacial n'est pas simple. Pour de très gros grains les marches de glissement (lignes et bandes) sont plus longues et plus "hautes", mais à déformation globale équivalente moins denses que pour des grains plus fins. Les grains fins sont donc plus aptes à accommoder mutuellement les irrégularités géométriques sur les surfaces d'adhésion mais ont sans doute beaucoup plus de difficultés à disloquer d'éventuels films superficiels. L'adhésion des surfaces est d'autant plus sensible à leur contamination que la taille des grains immédiatement sous-jacents est plus faible. Remarquons que dans l'optique de la "diffusion mécanique" interfaciale et pour les compressions moyennes que nous avons utilisées, l'épaisseur d'interpénétration peut varier suivant la taille du grain de quelques dizaines à plusieurs milliers d'Å. La fragmentation et les distorsions très importantes des grains interfaciaux rendent très délicates les tentatives de modèle quantitatif. Il est vraisemblable par exemple, que les glissements interfaciaux aient un rôle réduit dans l'adhésion des échantillons d'aluminium sciés in situ : la taille extrêmement fine du grain obtenu dans la bande intéressante privilégiée évidemment la diffusion préférentielle le long des joints et une diffusion interfaciale intermédiaire entre la diffusion massive et la diffusion superficielle.

e) Approximation de la diffusion interfaciale par la diffusion superficielle.

D'après ce que nous avons vu, l'aire effective correspondant au rapprochement des surfaces d'adhésion à moins d'une dizaine d'Å évolue rapidement en cours de compression (cf mesures électriques), notamment par la création de marches élémentaires lorsque les dislocations débouchent dans les cavités interfaciales. On se trouve donc constamment en dehors des conditions voisines de l'équilibre thermodynamique pour lesquelles sont abordés les problèmes de diffusion superficielle et nous nous contenterons de quelques ordres de grandeur.

A température ambiante, nous pouvons tout de suite éliminer les déplacements de lacunes dans les couches voisines de l'interface qui résulteraient de variations locales de la courbure des surfaces d'adhésion (microaspérités ou lignes de glissement). On montre en effet que pour un métal pur de volume atomique Ω la différence de concentrations en lacunes au voisinage immédiat d'une surface cylindrique de courbure $\frac{1}{R}$ est liée à l'énergie superficielle γ par la relation $\frac{\Delta C}{C} \simeq - \frac{\Omega}{kT} \frac{\gamma}{R}$. A température ambiante, une sursaturation en lacunes (par rapport à la concentration sous une surface plane) $\frac{\Delta C}{C} \simeq 10$ sous une surface concave correspondrait à un rayon de courbure de quelques distances interatomiques seulement. La diffusion lacunaire sous les portions de surface microscopiquement concaves vers les portions convexes est donc tout à fait négligeable.

On admet en général (Adda et Philibert [115] chapitre XIII) le modèle en terrasses, marches et décrochements (T.L.K.) de la surface d'un cristal proposé par FRENKEL et on y distingue des surfaces singulières (compactes ou non), des surfaces vicinales (d'orientation voisine des précédentes) et des surfaces non singulières (moins étudiées). Dans "l'approximation des sphères dures", ces schémas de surfaces élémentaires conditionnent les estimations de concentration et de mobilité des adatoms ou des lacunes superficielles, ainsi que l'anisotropie de diffusion superficielle.

Le parcours quadratique moyen d'un adatome sur une surface singulière supposée isotrope où tous les sauts ont une longueur d est $\langle L_s^2 \rangle^{1/2} = (2 \langle x^2 \rangle)^{1/2} = 2(D'_s \tau_s)^{1/2}$ où τ_s est la durée de vie de l'adatome. D'_s son coefficient de diffusion. Ce dernier vaut à la température T : $D'_s = \frac{1}{4} \zeta v d^2 \exp -(U_d/kT)$ avec $v \simeq 10^{13}/s$, U_d énergie de migration de l'adatome, ζ nombre de directions de sauts possibles ($\zeta = 3$ sur une surface $\{111\}$ et 4 sur une surface $\{001\}$). L'énergie de migration d'un adatome sur une surface singulière est de l'ordre du tiers de l'énergie de liaison entre premiers voisins. Pour le cuivre où cette dernière vaut 0,59 ev, on aurait par exemple sur une surface $\{111\}$ à température ambiante, $D'_s \simeq 10^{-12} \text{ cm}^2/s$.

Le coefficient d'autodiffusion superficielle $D_s = N_s D_s'$, où N_s est la concentration des défauts de diffusion (adatoms ou lacunes superficielles), peut donc se mettre sous la forme $D_s = D_{os} \exp - (Q_s/RT)$ avec Q_s (exprimé en cal/mole), somme de l'énergie de formation et de l'énergie de migration du défaut pris en considération. ADDA et PHILLIBERT notent que les valeurs trouvées expérimentalement pour Q_s sont toujours supérieures à la moitié de l'énergie d'activation de l'autodiffusion massique. GJOSTEIN [117] a montré que la courbe donnant $\log D_s$ en fonction de T/T_{fusion} pour de nombreux métaux cubiques-faces-centrées n'est pas linéaire et semble présenter une transition pour une température réduite de 0,75. On aurait approximativement dans le domaine qui nous intéresse ($T/T_f < 0,75$) : $D_o \simeq 10^{-2} \text{ cm}^2/\text{s}$ et $Q_s = 13 T_f$ en cal/mole (dans le second domaine $Q_s \simeq 30 T_f$). Gjostein interprète la transition comme un changement dans la nature du défaut de diffusion : adatoms à haute température et lacunes sur les terrasses cristallines dans la plage de température qui nous intéresse.

Evaluons avec ces ordres de grandeur quelques distances de diffusion superficielle $l_s \simeq \sqrt{D_s t}$ pendant les temps $t \simeq 10^3 \text{ s}$ pris en considération précédemment.

Pour l'aluminium à température ambiante $D_s \simeq 10^{-11} \text{ cm}^2/\text{s}$ et $l_s \simeq 1 \mu$. Cette approximation du trajet de diffusion superficielle est voisine de la taille de certaines cavités interfaciales après décharge. Il est donc certain que la diffusion superficielle intervient dans l'adhésion des surfaces propres d'aluminium dès la température ambiante. En fait, il faudrait également faire intervenir l'adsorption superficielle de molécules étrangères (gaz résiduels de l'enceinte). Pour le cuivre à température ambiante $D_s \simeq 10^{-15} \text{ cm}^2/\text{s}$ et $l_s \simeq 100 \text{ Å}$, de sorte que la diffusion superficielle sous son aspect élémentaire est sans doute de peu d'importance. Par contre à 500°K (échantillon 38), $D_s \simeq 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{s}$ et la distance de diffusion superficielle est très appréciable (quelques μ), même pour des temps de fluage de l'ordre de 1000s.

Il n'en reste pas moins que la bonne adhésion d'échantillons de nickel, après compression et décharge en 10mm à température ambiante, ne doit rien à ce type de diffusion superficielle ($D_s \simeq 10^{-15} \text{ cm}^2/\text{s}$.) Nous avons vu que les forces d'attraction entre 2 portions de surface distantes de moins de 10 Å étaient suffisamment importantes pour modifier la mobilité atomique entre les décrochements sur les marches de surface. De plus, les fortes énergies d'interaction du réseau de dislocations (très dense à l'interface) peuvent avoir une influence sur la mobilité des lacunes "superficielles" dans les zones non encore adhérentes.

f) Croissance du joint d'adhésion par diffusion assistée par les interactions des 2 réseaux.

Nous avons vu que la déformation superficielle se traduit à l'échelle microscopique par des glissements susceptibles de rompre localement le film contaminant et "découvrir" certaines faces cristallographiques {111} propres. Lorsque la compression se poursuit des lamelles de glissement ont tendance à s'imbriquer et à s'écraser mutuellement sur le plan d'interface. Ainsi une fraction importante de l'aire

effective de contact est réalisée sur des faces denses $\{111\}$ peu inclinées sur la surface d'adhésion. Un grand nombre de dislocations débouchent sur ces faces distordues (avant qu'elles ne soient entrées en contact atomique) produisant ainsi une forte densité de marches et de décrochements sur celles-ci. La diffusion interfaciale entre en jeu principalement à partir d'un rapprochement local des 2 réseaux inférieur à une dizaine d'Å. Sous l'influence des différentes interactions des ad-atomes quittent les décrochements sur une marche d'une surface singulière ou vicinale d'un réseau pour gagner des positions correspondantes voisines énergétiquement plus stables sur l'autre réseau. Pour un rapprochement de l'ordre du paramètre cristallin on peut envisager un échange plus ou moins direct entre position d'ad-atome sur un réseau et position de lacune superficielle sur l'autre réseau. L'énergie motrice de ce phénomène de transport réside essentiellement dans l'attraction locale coulombienne et dépend de la différence locale entre les densités de marches et de décrochements à la surface des 2 grains opposés. La taille de ces grains et l'orientation relative des glissements superficiels jouent là encore un rôle important. La courbure microscopique locale et la différence d'énergie élastique emmagasinée par les dislocations dans les zones adjacentes peuvent également intervenir. On conçoit, par ailleurs, que les contaminants superficiels non désorbés par la déformation contrarient fortement les mécanismes d'échanges atomiques de décrochement à décrochement.

Les forces d'attraction très anisotropes et fortes dans les zones de grand rapprochement diminuent les énergies de migration (migration non aléatoire) déjà faibles des ad-atomes et "ad-lacunes". Comme la forte densité de marches et de décrochements est entretenue par la déformation plastique elle-même, l'énergie d'activation qui contrôle le processus est vraisemblablement celle nécessaire à la séparation des atomes des décrochements sur les marches "superficielles" (déplacement de 1 en 2 sur la fig.7). Toutefois, compte tenu de la diversité des topographies microscopiques, cette diffusion n'est sans doute pas caractérisée par une seule énergie d'activation.

L'image précédente d'un "joint" élémentaire d'adhésion nous rapproche singulièrement de la structure en gradins observée en microscopie électronique par GLEITER [118] sur un joint de grains. Cet auteur a observé dans les joints de métaux cubiques-à-faces-centrées un réseau de lignes, différentes des franges d'épaisseur, qui seraient des marches formées par l'intersection des plans $\{111\}$ des grains adjacents avec le joint. Ces marches ont des hauteurs comprises entre 3 et 25 Å, mais la hauteur de la plupart d'entre elles est voisine de 3 Å.

Si, par coalescence de plusieurs marches monoatomiques la hauteur de gradin est supérieure à l'épaisseur du joint, le joint lui-même (les 2 grains adjacents) comporte une marche. Au contraire, pour une hauteur de marche inférieure à l'épaisseur du joint seul un des 2 grains adjacents présente un gradin. Plus faible est l'inclinaison des plans $\{111\}$ sur le joint et plus grande est évidemment la distance entre gradins.

GLEITER {119} pense que *la migration d'un joint* peut s'expliquer par émission d'atomes depuis les gradins présents sur un grain (adjacent au joint) et absorption d'un même nombre d'atomes sur les marches du grain opposé (en cours de croissance). Comme les plans {111} forment les gradins de croissance, la vitesse de croissance des grains dans la direction perpendiculaire à ces plans est minima. Ainsi, un grain croissant dans une matrice uniformément orientée tendrait toujours à avoir une surface constituée de plans {111}, de même que la compression des lamelles de glissement {111} tendrait à ramener ces faces dans le plan du joint d'adhésion.

L'auteur pré-mentionné considère qu'un atome appartient à un grain s'il occupe une position du réseau du grain et s'il peut être relié au grain au moins par une rangée d'atomes de celui-ci. Les atomes entre les grains qui ne remplissent pas ces conditions sont considérés comme appartenant au joint (la zone d'interaction de moins de 10 Å de notre modèle). Le processus de migration du joint comporterait les étapes suivantes (schématisées sur la figure 7) : a) dissociation d'un atome d'un décrochement (1 → 2), b) diffusion le long de la marche (2 → 3), c) dissociation de la marche (3 → 4), d) diffusion sur la "terrasse" du grain et passage dans la zone du grain (4 → 5,6), e) condensation d'atomes en provenance de la zone du joint sur la surface du grain (6 → 7,8). Le même processus se déroule en sens inverse pour la croissance du grain opposé. En attachant une enthalpie d'activation à chaque étape du processus, on arrive à une expression compliquée du flux atomique entre grain et zone du joint faisant intervenir, le parcours quadratique moyen de diffusion sur une terrasse et le long d'une marche, la distance entre marches et celle entre décrochements sur une marche, une enthalpie apparente d'activation qui dépend des énergies d'activation de tous les stades intermédiaires.

Ces estimations semi-quantitatives de Gleiter ne peuvent être transportées à notre modèle. La zone d'interaction présente en effet une concentration atomique très variable avec l'élimination des cavités interfaciales et des densités de dislocations élevées. De plus, l'énergie importante emmagasinée par les grains adjacents peut être très variable d'un grain interfacial à l'autre (répartition complexe des contraintes triaxiales). Enfin, l'activation thermique est trop réduite à température ambiante, même pour l'aluminium. Retenons que les échanges atomiques entre grains sur le point d'adhérer dépendent beaucoup de la densité de marches et de décrochements sur les 2 surfaces opposées : plus grande est cette densité et plus rapide est la croissance du joint d'adhésion. On conçoit très bien que l'orientation relative des grains ait autant d'importance que le taux de déformation plastique. Il faudrait préciser cette influence en opérant sur des monocristaux aux surfaces non contaminées (pour pouvoir adopter une faible compression) dont on contrôlerait la désorientation interfaciale.

D - RUPTURE DU JOINT D'ADHESION.

Nous avons déjà longuement commenté la rupture initiale de certains échantillons et son caractère ductile intragranulaire. Nous avons vu qu'à l'aspect global des surfaces de décohésion (en pointe par striction totale pour l'aluminium, en cône et cratère pour le cuivre, l'argent ou le nickel) se superposait un faciès microscopique en cupules (non liées à la taille du grain). Les cupules sont parfois séparées par des zones assez planes qui correspondent localement à des décohésions par cisaillement. La striction avant rupture s'accompagne d'une certaine porosité dans des bandes de déformation sévère. Finalement la décohésion de la rupture initiale s'effectue suivant une surface très irrégulière zigzaguant entre des pores plus développés.

On s'attend à ce que, après la compression d'adhésion, la fragilité de la zone interfaciale soit beaucoup plus élevée. En 1er lieu les fissures de rupture en décohésion n'ont pas besoin de fortes concentrations locales de contraintes pour être nucléés puisque des *microcavités*, de taille surcritique, non résorbées par la compression existent déjà le long de l'interface. En 2ème lieu la forme très irrégulière de l'interface donne naissance lors de la traction à des *contraintes triaxiales* et à de *fortes cisssions localisées*. Comme le métal est très écroui, ces fortes contraintes élastiques, notamment en tête de fissure, sont *difficilement relachées plastiquement* par création de boucles de dislocations (épatement plastique du front de fissure). En 3ème lieu, les *films adsorbés* ou les *gaz occlus* (hydrogène) à l'interface, en diminuant l'énergie superficielle, facilitent la propagation des fissures. Enfin la *consolidation importante et hétérogène* du métal dans une *bande étroite* (zone de striction, glissements interfaciaux, bande à grain très fins produite par le sciage), résultant notamment de la taille du grain plus faible et de fortes distorsions traduites par un réseau de dislocations plus complexe (parcés, sous-structure), est un facteur de fragilité prépondérant.

La relaxation plastique est en effet le principal obstacle à la propagation d'une fissure. Nous avons vu que le critère de Griffith prévoit qu'une fissure de taille L_c se propage dans un milieu élastique dès que la contrainte normale à cette fissure atteint la valeur critique $\sigma_c \simeq (\gamma E/L_c)^{1/2}$ où γ est l'énergie superficielle, E le module élastique du milieu. Dans un métal, la relaxation plastique absorbe une partie de l'énergie ([97] p.571) et il vaut mieux remplacer γ par un terme γ' , somme de γ et de l'énergie d'écrouissage rapportée à l'unité de surface de fissure $\sigma_c \simeq (\gamma' \mu/L_c)^{1/2}$. Parallèlement, nous avons vu que l'énergie emmagasinée dans la zone interfaciale déformée d'environ 0,4 d'un échantillon de cuivre est de l'ordre de 0,2 cal/g, donc importante devant l'énergie superficielle ($\simeq 1500 \text{ erg/cm}^2$) ou l'énergie de joint ($\simeq 600 \text{ erg/cm}^2$). On conçoit dès lors la *liaison* que nous avons établie pour un même échantillon *entre la ductilité en décohésion et le niveau de celle-ci*. En fait, cette liaison n'a intérêt que précisée à l'échelle des déformations microscopiques des portions de joint d'adhésion. On conçoit également que la

non planéité de l'interface après compression (aire d'adhésion bien supérieure à l'aire apparente) freine parfois localement la propagation des fissures et donne lieu à des décohésions locales fragiles au milieu de zones ductiles.

Pour les échantillons d'aluminium très pur, aux surfaces d'adhésion non contaminées après la rupture initiale et déchargées immédiatement après la compression d'adhésion, la décohésion s'est effectuée après striction complète (rupture en pointe). Les surfaces de décohésion présentaient au microscope *le faciès ductile intragranulaire*. Après un long séjour à l'atmosphère ces échantillons ont recristallisé dans la zone interfaciale et nous avons vu que la migration des joints s'est effectuée nettement à travers l'interface. Compte tenu des difficultés de migration des joints en présence de petites inclusions ou de pores, on peut penser que les zones riveraines en étaient dépourvues. Une légère chimisorption sur les faces d'adhésion suffit à réduire considérablement la traversée de l'interface par les joints qui y aboutissent. Parallèlement, les chimisorptions entraînant la formation de plus d'une monocouche affectent notablement la fragilité interfaciale (pour des compressions d'adhésion moyennes).

Nous avons reproduit sur les planches XIII et XIV quelques clichés des surfaces de décohésion d'un échantillon de cuivre (de pureté médiocre) après plusieurs essais d'adhésion. Malgré ces conditions défavorables, on observe encore le faciès ductile intragranulaire sur une fraction importante de l'aire d'adhésion en même temps que quelques zones de rupture intergranulaire de type fragile. On peut donc penser que *l'adhésion rétablit sur de larges portions de surface la cohésion intergranulaire propre du métal*. Du fait de l'hétérogénéité de la consolidation interfaciale, la surface de décohésion ne s'établit pas en général d'un essai à l'autre, suivant le même tracé à l'échelle microscopique.

Pour les échantillons usinés à l'atmosphère, la fragilisation du film d'oxyde est si importante (forte densité de cavités du fait des glissements interfaciaux insuffisants) qu'il ne faut pas espérer que la force de décohésion reflète la faible adhésion obtenue en fin de compression.

Nous avons vu enfin que la taille extrêmement fine des grains interfaciaux des échantillons sciés sous vide rend ces derniers particulièrement sensibles à l'adsorption sur les faces d'adhésion. La vitesse de propagation des fissures initiées aux microcavités d'interface en est particulièrement accrue (faibles possibilités de relaxation plastique). La brusque variation de la taille du grain lorsqu'on pénètre dans la bande perturbée par le sciage et la largeur très variable de cette bande sont des facteurs supplémentaires de fragilisation.

V - C O N C L U S I O N

La présente étude s'est attachée à dégager les facteurs essentiels susceptibles d'affecter l'autoadhésion à température ambiante des surfaces métalliques propres. Dans ce but, des essais ont été effectués sur différents métaux (aluminium et cuivre principalement) et différents types de surfaces : usinées et polies à l'air, décapées par frottement sous haut vide, rompues in situ sous ultra-vide, sciées sous haut vide, ou rubans minces susceptibles d'un allongement initial. Nous avons montré qu'aucun de ces types d'essais ne reproduit les conditions d'adhésion "idéales" : surface propre, plane et microscopiquement lisse, sans couche superficielle écrouie ni film d'oxyde, avec une taille de grain comparable à celle du métal sous-jacent.

Les surfaces polies à l'atmosphère avant compression sous vide ne présentent pas d'adhésion globale à température ambiante pour des contraintes moyennes de compression valant jusqu'à 2 fois la résistance en traction du métal, et ce, même pour l'argent où on peut s'attendre à une dissociation de l'oxyde superficiel pendant l'étuvage sous haut vide. Des marques d'adhésion locales sont cependant voisines de glissements déviés sur des échantillons d'aluminium pour des contraintes de compression moyennes bien inférieures. La localisation des déformations par des aspérités de quelques dizaines de μ semble beaucoup plus favorable à l'adhésion qu'un polissage électrolytique poussé des surfaces de contact. L'influence du film d'oxyde superficiel, mentionnée par de nombreux auteurs, a été élargie aux couches interfaciales de structure différente de celle du métal sous-jacent ou susceptibles d'une adsorption importante (poches, difficilement réductibles, de gaz désorbés par les déformations ou occlus). Le fait que, dans des conditions de compression moins sévères, nous ayons obtenu une bonne adhésion globale sur des échantillons de cuivre chauffés quelques heures vers 200°C met en lumière l'influence d'une recristallisation partielle (déconsolidation du métal, homogénéisation des structures à l'interface).

Les échantillons rompus initialement sous vide, comprimés et déchargés immédiatement, ont donné lieu à des adhésions de l'ordre de la résistance du métal écroui sur des aires recoupées par mesures électriques. Nous avons mis particulièrement en relief sur ce type d'échantillon l'influence favorable d'une texture de déformation. La recristallisation locale à température ambiante d'échantillons d'aluminium très pur a révélé de très fortes hétérogénéités de déformation interfaciale et une migration des joints à travers l'interface qui n'a plus lieu pour des chimisorptions très faibles sur les faces d'adhésion.

Les échantillons sciés *in situ* sous haut vide ont donné lieu à des coefficients d'adhésion supérieurs à l'unité pour de faibles compressions, mais décroissants avec des compressions de plus en plus élevées. Nous avons insisté sur l'influence d'une couche superficielle quasi-amorphe produite par le sciage (notamment, grande sensibilité à la contamination avec un seuil d'exposition bien marqué de 10^{-4} torr à l'atmosphère résiduelle de l'enceinte).

La sublimation interfaciale de titane a posé le problème de l'obtention d'une couche d'épaisseur uniforme et déterminée. Nous avons pu montrer néanmoins qu'un film de métal aussi dur et actif (vis-à-vis de la chimisorption) que le titane peut adhérer par "assimilation" dans les couches superficielles d'un métal très différent comme l'aluminium, (à rapprocher de la "solubilisation interfaciale" mentionné au chap. I).

Les essais sur rubans d'aluminium ont mis en relief la possibilité de disloquer le film superficiel et de découvrir des facettes "fraîches" par les glissements résultant d'une déformation dans une direction perpendiculaire à la compression d'adhésion. Ils ont également permis de suivre (par résistivité électrique) l'élimination sur les dislocations des lacunes formées par écrouissage.

Le modèle d'adhésion proposé favorise certains aspects de la déformation plastique dans une bande étroite (de l'ordre du micron) entourant l'interface.

Dans le premier stade de la compression nécessaire pour "rapprocher" les 2 réseaux, les déformations plastiques des aspérités de contact jouent un rôle essentiel. De ces zones isolées, la déformation plastique gagne, par réaction intergranulaire (empilements de dislocations) les grains superficiels de zones qui ne sont pas encore déformées par la compression directe de la face opposée. Il se développe à la surface de ces grains des bandes de glissement et des lignes de glissement fin auxquelles nous avons attribué un rôle essentiel. Ces marches de glissement rompent localement le film superficiel et découvrent des faces $\{111\}$ vierges.

Dans un deuxième stade, lorsque la compression se poursuit, les lamelles de glissement distordues s'imbriquent mutuellement en rapprochant localement des faces denses $\{111\}$ du plan de l'interface. Pendant ce temps, la densité de dislocations augmente fortement dans le métal sous-jacent et de nombreuses dislocations, "émergeant" dans les vides d'interface, créent sur les parois en cours de rapprochement un réseau complexe de marches et de décrochements.

Dans un troisième stade de compression, les forces d'attraction coulombiennes sur les zones séparées de moins d'une dizaine d'Å facilitent la migration d'atomes depuis les décrochements présents sur les marches superficielles d'un grain jusqu'aux crans des marches superficielles d'un grain adjacent. Cette résorption locale des "vides" interfaciaux dépend évidemment beaucoup des impuretés superficielles qui n'auraient pas été décrites par les déformations : ceci explique l'influence né-

gligeable sur l'adhésion des gaz physisorbés à l'interface et celle plus ou moins importante des gaz chimisorbés.

L'influence de la *taille et de l'orientation relative des grains "en contact"* a également été soulignée. Par ailleurs, nous avons estimé les concentrations de lacunes formées par écrouissage et envisagé leur élimination aux crans des dislocations. Parmi les métaux utilisés, seul l'aluminium peut avoir ses *processus diffusionnels* sensiblement affectés à température ambiante par la surconcentration ($\approx 10^{-5}$) de lacunes éliminée en quelques heures. D'ailleurs, en dehors de la mobilité atomique ou lacunaire dans les toutes premières couches interfaciales, seule la diffusion préférentielle le long des joints de grains débouchant à l'interface peut affecter la résorption des microcavités voisines. L'établissement des liaisons métalliques d'adhésion accompagnerait le rapprochement de type intergranulaire des portions de surfaces considérées. Le *fluage plastique* a donc surtout pour rôle d'accroître l'aire des zones élémentaires d'interaction et de relacher les contraintes élastiques.

Les mesures de décohésion caractérisent autant les *processus de rupture interfaciale* que l'adhésion en fin de compression. L'accroissement de l'énergie d'interface, le durcissement important et hétérogène du métal et surtout la présence d'un chapelet de microcavités (dont la plupart ne sont probablement pas visibles au microscope optique) le long de l'interface réalisent une *fragilisation* à laquelle on est même surpris de voir si bien résister l'adhésion. L'imbrication des lamelles de glissement et la présence d'inclusions (oxyde disloqué) donnent naissance à une bande large de quelques μ , plus écrouie que les zones riveraines : les fortes tensions élastiques, difficilement relachées plastiquement, y favoriseront évidemment la propagation de fissures et des décohésions partielles localement fragiles. Outre que les échantillons à très gros grains donnent lieu après compression à une plus forte densité de cavités interfaciales, la fragmentation en petits grains près de la surface d'adhésion est une source de fragilisation intergranulaire. On conçoit l'intérêt d'une homogénéisation de la structure par recristallisation après adhésion.

Le *faciès parfaitement ductile* et le type intragranulaire de la rupture que nous avons observés sur de larges plages des faces d'adhésion d'aluminium ou de cuivre (comprimées à température ambiante) montrent que la discontinuité d'interface peut être localement supprimée et que les liaisons élémentaires sont du même type que les forces de cohésion métalliques internes.

On conçoit l'intérêt que peut présenter une *étude plus fine de l'adhésion*. Sur le plan théorique elle permettrait de préciser les mécanismes de déformation superficielle encore mal connus. La sublimation d'une couche interfaciale d'épaisseur contrôlée permettrait notamment d'avoir, après décohésion, une sorte d'empreinte des glissements et de préciser la déformation des premières couches d'interface de métaux différents à basse température. Il conviendrait de mettre au point un dispositif expérimental permettant d'opérer dans l'ultra-vide à *très basse température*. Il serait ainsi possible d'approcher des conditions de rupture par clivage (donc des conditions "idéales" d'adhésion) et de **défavoriser** tous les processus actifs thermiquement (glissements déviés, élimination des défauts ponctuels formés par écrouissage, diffusion superficielle, etc ...) De multiples problèmes parallèles pourraient être abordés, comme l'étude de l'influence de la **porosité** ou d'une surconcentration de lacunes sur la migration d'un joint formé à basse température, ou l'influence de l'orientation relative de monocristaux (ou de leur taux de glissements superficiels) sur la mobilité du joint qui les sépare. Sur le plan pratique enfin, outre les applications spatiales mentionnées en introduction, on peut concevoir notamment la réalisation de "soudures à froid" dans l'industrie des semi-conducteurs ou sur des matériaux dont on craint des modifications de structure par chauffage.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- {1} BOWDEN F.P. TABOR D. "The Friction and Lubrification of Solids"
Part I et Part II - Oxford Clarendon Press (1964).
- {2} EVANS R.M. MONROE R.E. "Surface Welding in the Space Environment"
D.M.I.C. Memorandum 214 - (9.6.1966).
- {3} Travaux à la Hughes Aircraft Company. Culver City - California :
 - a. BRUESCHKE E.E. et SUESS R.H. TM - 685 (15.7.1961)
 - b. WINSLOW P.M. HORWITZ D, Mc INTYRE D.V. Summary Report P 64-62
(20.7.1964)
 - c. WINSLOW P.M. Mc INTYRE D.V. Report P 65 - 94 (20.8.1965)
- {4} Travaux à la National Research Corporation - Cambridge - Massachussetts
 - a. GIAMMANCO R.P., HORDON M.J., "Adhesion and Cold Welding" (1.12.1965)
 - b. HAM J.L. N A S A Contract N A S r - 48 (7.9.1962)
 - c. HAM J.L. N A S A Contract N A S w = 734 (27.11.1963)
 - d. BROCK F.J., FASOLINO L.G., HORDON M.J. - Report AFRPL TR 65 175 (8.1965)
- {5} Travaux du Midwest Research Institute - Kansas City - Missouri :
MOELLER C.D. , BOSSERT J., NOLAND M. - N A S A Contract NAS 9 - 3623
(12.1965)
- {6} GOLEGO N.L. - Welding Production (URSS) 8 (3) p.18 (3.1965)
- {7} Travaux de l'équipe de BOWDEN :
 - a. BOWDEN F.P., HUGUES T.P. - Proc. Roy. Soc. A 172 p.263 (1939)
 - b. BOWDEN F.P., YOUNG J.E. - Proc. Roy. Soc. A 208 p.311 (1951)
 - c. BOWDEN F.P., ROWE G.W. - Proc. Roy. Soc. A 233 p.429 (1956)
- { 7 } Travaux de KELLER au Syracuse University Research Institute - Syracuse,
New-York :
 - a. KELLER K.V. GRANT Ns G - 159 (7.1962)
 - b. KELLER K.V. GRANT Ns G - 483 (7.1964)
 - c. KELLER K.V. GRANT Ns G - 483 Supp. 1 (3.1965)
- { 8 } Mc FARLANE J.S., TABOR D.- Proc. Roy. Soc. A, 202 p.244 (1950)
- { 9 } BAILEY A.I., COURTNEY - Pratts J.S. - Proc. Roy. Soc. A 227 p.500 (1955)
- {10} BRYANT P.J. - Trans. 9 th Vac. Symp. USA (1962).
- {11} BOWDEN F.P. - "Fundamentals of Gas - Surface Interactions" p.1
Academic Press (1967)
- {12} SIKORSKI M.E. - A.S.M.E. Trans. p. 1 (6.1963)

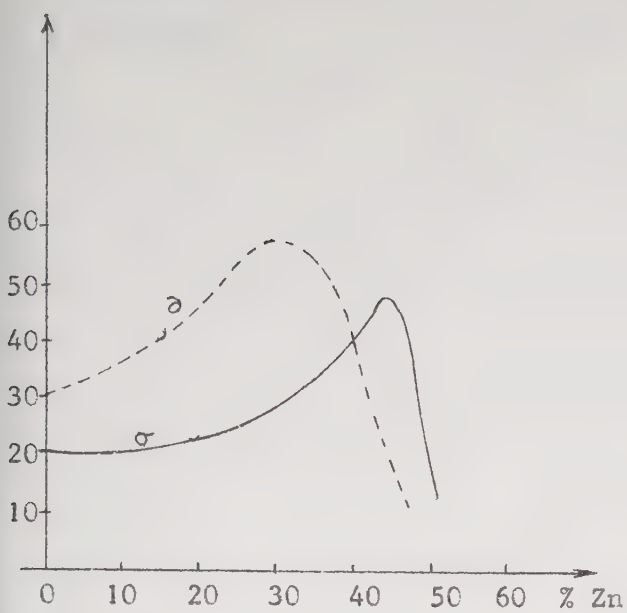
- { 13} SEMENOV A.P.-Wear vol.4 p.1 (1961)
- { 14} RABINOWICZ E. Journal Appl. Phys. vol. 32 p.1440 (1961)
- { 15} CZISHOS H. Z. angew Physik vol.27 (1) p.40 (1969)
- { 16} BRYANT P.J., GOSSELIN C.M. - Contract NAS r 63 (06) (7.1964)
- { 17} BRYANT P.J., GOSSELIN C.M., LONGLEY W.W. "Extreme Vacuum Technology (below 10^{-13} torr) and Associated Clean Surface Studies" p.26. Contractor Report NASA CR - 324 (11.1965)
- { 18} GOLDSZTAUB S., EBERHART J.F., HENRY C.J. - Sciences et Industries Spatiales vol. 11-12, p.52 (1966).
- { 19} MILNER D.R., ROWE G.W. - Metallurgical Review vol.7 n°28 p.433 (1962)
- { 20} RITTENHOUSE J.B. ASTM STP 431 Am. Soc. Testing Mats. p.88 (1967).
- { 21} KELLOG L.G. NAA- SR 9643 Atomics International (1.6.1964)
- { 22} BAILEY A.I. J. Appl. Phys. vol. 32 p.1407 (1961)
- { 23} AMONENKO V.M., TRON AS, MUKHIN V.V., Tsvetn. Metally (URSS) vol.9 p.86 (9.1968)
- { 24} Mc EWAN K.J.B., MILNER D.R. - Brit. Welding. J. vol.9 p.406 (1962)
- { 25} OHNO J.M. "Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys" Tokyo Sept.67 p.577 (1968)
- { 26} ADAMSON A.W. ASTM STP 431 Am. Soc. Testing Mats. p.6 (1967)
- { 27} CAHN J.W., HILLIARD J.E. Journal of Chemical Physics vol.38 p.258 (1958)
- { 28} TAYLOR N.J. Surface Science vol. 4 p.161 (1966)
- { 29} JOHNSON K.I. KELLER D.V. - J. Appl. Phys. vol. 38 p.1896 (1967).
- { 30} ALDRICH R.G. , KELLER D.V. papier présenté à l'American Chemical Society Miami (Floride) (3.1967).
- { 31} GJOSTEIN N.A. "Metal Surfaces" p.99 American Society for Metals Metals Park Ohio (1963)

- {32} B.V. ERYAGIN "Research in Surface Forces" traduit du russe : Consultants Bureau - New York (1966)
- {33} LIFSHITZ E.H. Soviet Physics J.E.T.P. vol. 2 p.73 (1956)
- {34} KRUPP JH., SPERLING G. - J. Appl. Phys. vol. 37 p.4176 (1966)
- {35} DESALOS Y., PAULMIER D., Journal de Chimie Physique, vol. 66, n°5, p.940 (1969)
- {36} WESTWOOD A.R.C., KAMDAR MH Phil. Mag. vol. 8 p.787 (1963)
- {37} HOLM R. "Electric Contacts" Springer-Verlag (1967)
- {38} HERTZ H. "Gesammelte Werke" Leipzig-Barth (1895)
- {39} JOHNSON K.I., KELLER D.V. J. of Vacuum Science and Technology (12.1966)
- {40} FARNSWORTH H.E., MARCH J.B. "Int. Conf. on Physics of Semi-Conductors" Exeter 1962 Institute of Physics London p.836 (1962).
- {41} HAAS T.W., JACKSON A.G. J.Chem. Phys. vol. 44 p.2921 (1966).
- {42} ROBERTS R.W. A.S.T.M. STP 431 Am. Soc. Testing Mats p.20 (1967)
- {43} BOWDEN F.P. et BRANDON D.G. - Phil. Mag. vol. 8 p.935 (1963)
- {44} VENABLES J.A., BALLUFI R.W. - Phil. Mag vol. 11 p.1021 (1965)
- {45} MÜGLER J.P., BRADFORD J.M. NASA TMX - 1268 (6 1965)
- {46} LING F.F. article présenté à l'ASME Committee on Lubrication (16.9.1960)
- {47} HOLDEN F.G., MELEHAN J.B., OGDEN H.R., JAFFEE R.L. -J.Appl. Phys. vol.31(4) p.670 (1960).
- {48} GILBREATH W.P., SUMSION H.T. - Journal of Spacecraft and Rockets vol.3 n°5 p.674 (1966).
- {49} GILBREATH W.P. - A.S.T.M. STP 431 - Am. Soc. Testing Mats p.128 (1967)
- {50} GILBREATH W.P. WILLIAMS D.P. Communication privée
- {51} CONRAD H., RICE L., A.S.T.M. STP 431 - Am. Soc. Testing Mats p.208 (1967)
- {52} MULLER E.W., NISHIKAWA O. même référence p.67
- {53} BATZER H., BUNSHAH R.F. - J. Vac. Sci. Techn. vol. 4 (1) p.19 (1966)

- {54} BRADFORD J.M. papier présenté à la "Vacuum Metallurgy Conference" (10.6.1968)
- {55} BRADFORD J.M. - N A S A T N D - 5055 (3.1969)
- {56} JONA F. J. Phys. Chem Solids vol.28 (11) p.2155 (11.1967)
- {57} HORDON M.J., ROEHRIG J.R. Contract NAS 1168 (3.1966)
- {58} HORDON M.J. A.S.T.M. STP 431 - Am. Soc. Testing Mats p.109 (1967)
- {59} HORDON M.J., ROEHRIG J.R. Contract NAS 1 - 269 (12.1966)
- {60} HORDON M.J., WHRIGHT M.A. Rev. Sci. Inst. vol. 40 p.1017 (8.1969)
- {61} BROWN R.D., BURTON R.A. - Journal of Lubrication Technology p.425 (10.1967)
- {62} BUCKLEY D.H. - J. Appl. Phys. vol. 39 p.4224 (8.1968)
- {63} BUCKLEY D.H. NASA TN D - 3238 (1.1966)
- {64} BUCKLEY D.H. NASA TN D - 3485 (7.1966)
- {65} BUCKLEY D.H. NASA TN D - 2988 (9.1965)
- {66} GWATHMEY A.T., DYER L.D.- "Friction and Wear", Elsevier (1959)
- {67} TAKEGI R., TSUJA - Wear vol. 4 n°3 p.216 (1961)
- {68} BUCKLEY D.H. ASTM STP 431 - Am. Soc. Testing Mats p.248 (1967)
- {69} BUCKLEY D.H. NASA TN D - 3794 (1967)
- {70} BUCKLEY D.H. - Journal of Adhesion vol. 1 p.264 (10.1969)
- {71} BUCKLEY D.H. NASA TN D - 3864 (3.1967)
- {72} KRAMER I.R., DEMER L.J. Trans. Met. Soc. AIME vol. 221 p.780 (8.1961)
- {73} KRAMER I.R. même revue - vol. 227 p.1003 (8.1963)
- {74} KRAMER I.R. même revue - vol. 230 p. 991 (8.1964)
- {75} KRAMER I.R. même revue - vol. 233 p.1462 (8.1965)
- {76} KRAMER I.R., FONG C. même revue - vol. 233 p.1467 (8.1965)

- {77} NAKADA Y., CHALMERS B. Trans. Met. Soc. AIME vol. 224 p.1047 (1962)
- {78} FOURIE J.T. Canadian Journal of Physics vol. 45 p.777 (1967)
- {79} FOURIE J.T. Phil. Mag. vol. 17 n°148 p.735 (4.1968)
- {80} BRYDGES W.T. Scripta Met. vol. 2 p.557 (1968)
- {81} KETTUNEN P.O., KOCKS U.F. Scripta Met. vol. 1 p.13 (1967)
- {82} KRAMER I.R., KUMAR A. Scripta Met. vol. 3 n°4 (1969)
- {83} MERYN B.V. Fizika i Khim - Obrabot. Mat. vol. 6 p.125 (11.1968)
- {84} DESALOS Y., PAULMIER D. Journal de Chimie Physique vol. 66 n°7-8 p.1406 (1969)
- {85} KRAMER I.R., SHEN H.K., PODLASECK S.E. Trans. AIME (10.1965)
- {86} WILLIAMS D.P., NELSON H.G. Trans of the Met. Soc. of AIME vol. 233 p.1339 (7.1965)
- {87} HUDSON M. NASA Langley Research Center (6.10.1964)
- {88} FEUERSTEIN S., RICE L. Trans. Met Soc. AIME vol. 236 p.1674 (12.1966)
- {89} FEUERSTEIN S., JOHN I.W., Report n° TR-669 (6250-20) 9 (9.1966)
- {90} DUSHMAN S. "Scientific Foundations of Vacuum Technique" John Wiley (1962)
- {91} WINTENBERGER M. Acta Met. vol. 7 p.549 (8.1969).
- {92} D'YACHENKO PE., TOLKACHEVA N.N., ANDREEV G.A., KARPOVA T.M. "The Actual Surface Area between Touching Surfaces" traduit du russe - Consultants Bureau - New-York (1964)
- {93} BROWN A.F., HONEYCOMBE R.W.K. Phil. Mag. Ser. 7 vol. 42 p.1146 (1951)
- {94} FRIEDEL J. "Dislocations" Pergamon Press (1964)
- {95} CRUSSARD C. Rev. Metallurgie vol. 42 p.286 (1945)
- {96} BROWN A.F. J. Inst. Met. vol. 80 p.115 (1951)
- {97} JAOUL B. 'Etude de la Plasticité et Application aux Métaux, Dunod, Paris (1965)
- {98} ESHELBY J.D., FRANK F.C., NABARRO F.R.N. Phil. Mag. vol. 42 p.351 (1951)
- {99} MADDIN R., HARRISON E.H., GELINAS R.W. Acta Met. n°1 p.460 (1953)
- {100} Mc GREGOR TEGART W.J. : "Elements of Mechanical Metallurgy" p.23 Mac Millan Series in Material Science (1966)

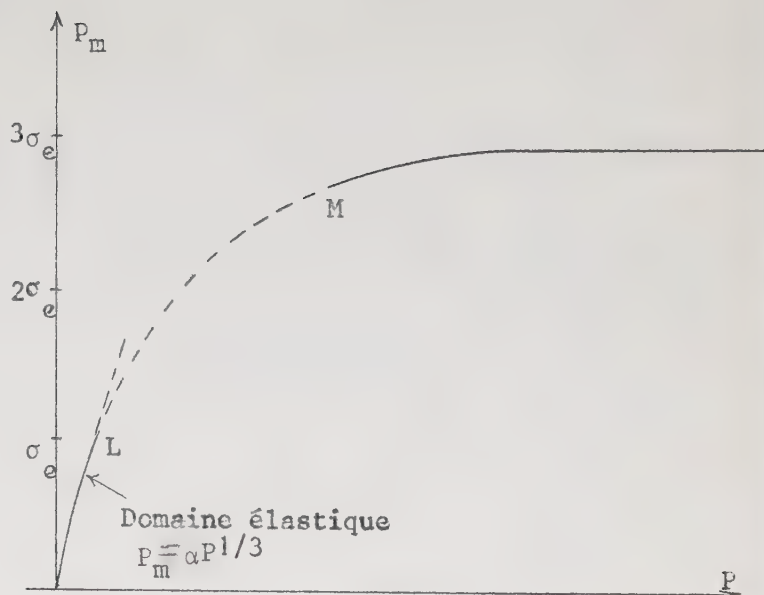
- {101} HONEYCOMBE R.W.K. "The Plastic Deformation of Metals"
Edward Arnold Ltd (1968)
- {102} BARRETT C.S. "Structure des Métaux" chapitre XVIII, Dunod (1957)
- {103} NAKADA Y., CHALMERS B. Acta Met. vol.13 n°8 (1965)
- {104} HUNTER M.S., FOWLE P. J. of the Electrochem. Soc. vol.103 n°9 p.482
(1956)
- {105} KIRK C.T. HUBER E.E. Surface Science vol. 9 p.217 (1968)
- {106} CHALMERS B. "Métallurgie Physique" p.412 Dunod (1963)
- {107} BRADHURST D.H., Leach J.S.L. Trans. Brit. Ceram. Soc. vol. 62 p.793
(1963)
- {108} GROSSKREUTZ J.C. Surface Science vol. 8 p.173 (1967)
- {109} CONNERS G.H. Int. J. Engng. Sci. vol.5 p.25 (1967)
- {110} GREENWOOD G.W., HARRIS J.E. Acta Met. vol.13 p.936 (9.1965)
- {111} SAADA G. {Thèse: Métaux - Corrosion - Ind. n°419-420-421 (1960)
{Acta. Met. vol.9 p.166 (1961)
- {112} WILLIAMS R.O. Acta Met. vol.13 p.163 (3-1965)
- {113} CLAREBROUGH L.M., HARGREAVES M.E. Acta Met. vol. 5 p.738 (1957)
- {114} BIRNBAUM H.K. J. Appl. Phys. vol. 34 p.2175 (1963)
- {115} ADDA Y., PHILIBERT J. "La Diffusion dans les Solides" P.U.F. (1966)
- {116} RUOFF A.L. J. Appl. Phys. vol. 38 p.3999 (9.1967)
- {117} GJOSTEIN N.A. "Fundamentals of Gas- Surface Interactions" p.42
Academic Press -(1967)
- {118} GLEITER H. Acta Met. vol. 17 p.565 (5.1969)
- {119} GLEITER H. Acta Met. vol. 17 p.853 (7.1969)



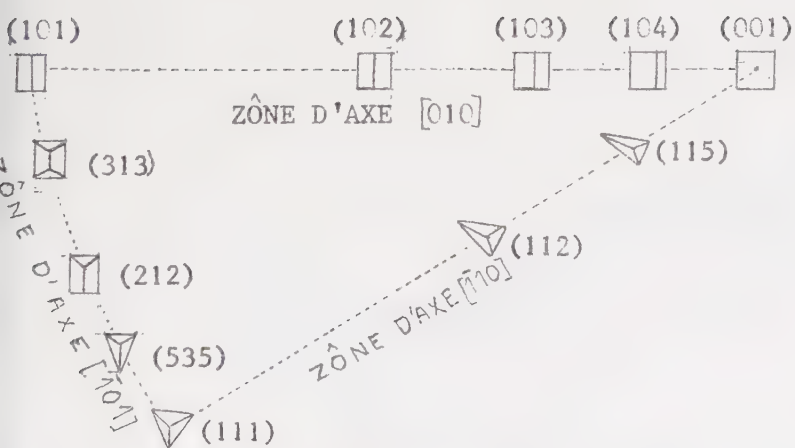
Allongement δ en %

Charge de rupture σ en kgf/mm^2

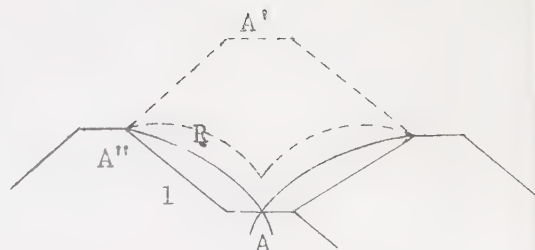
- Figure 1 -



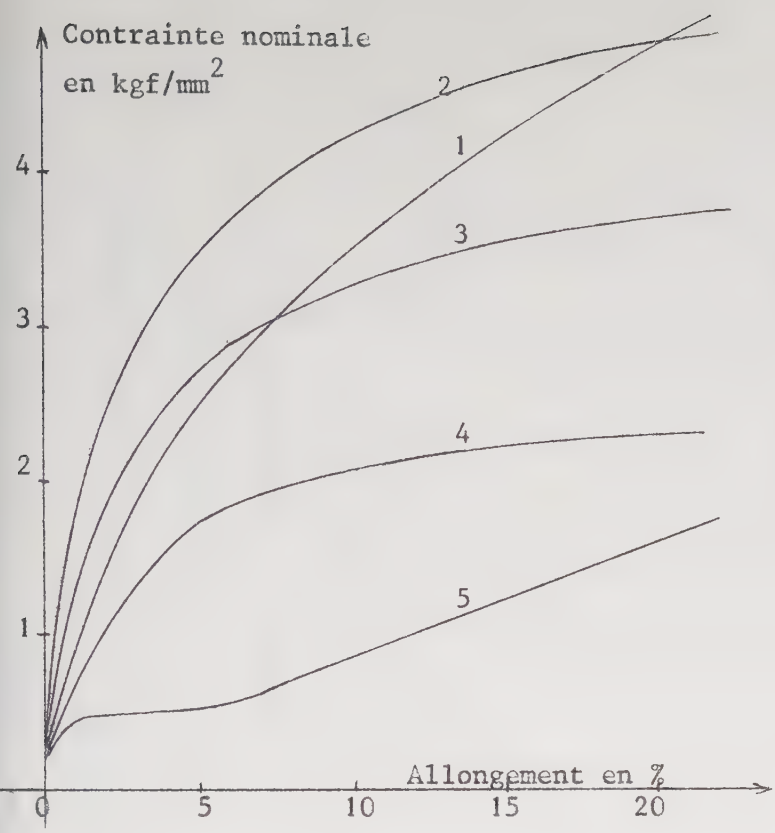
- Figure 2 -



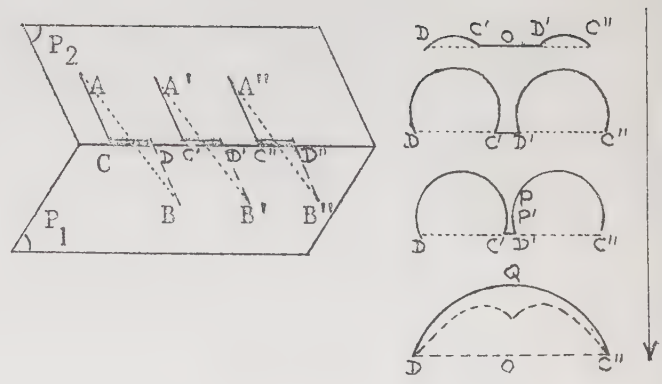
- Figure 3 -



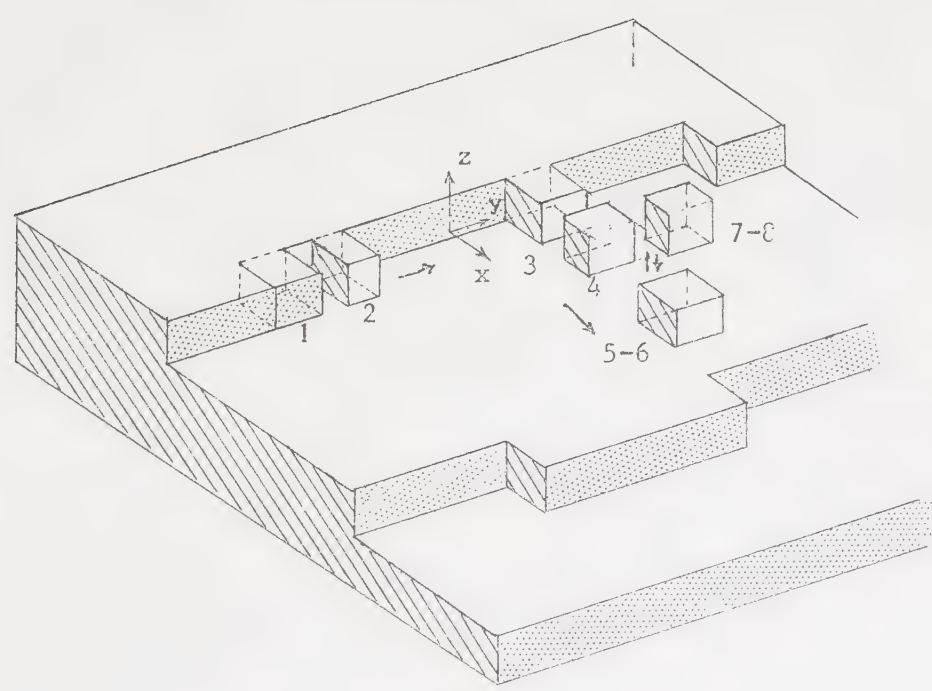
- Figure 5 -



- Figure 4 -



- Figure 6 -



- Figure 7 -



$$\frac{R_A + R_B}{2} \mu\Omega$$

Courbe 1

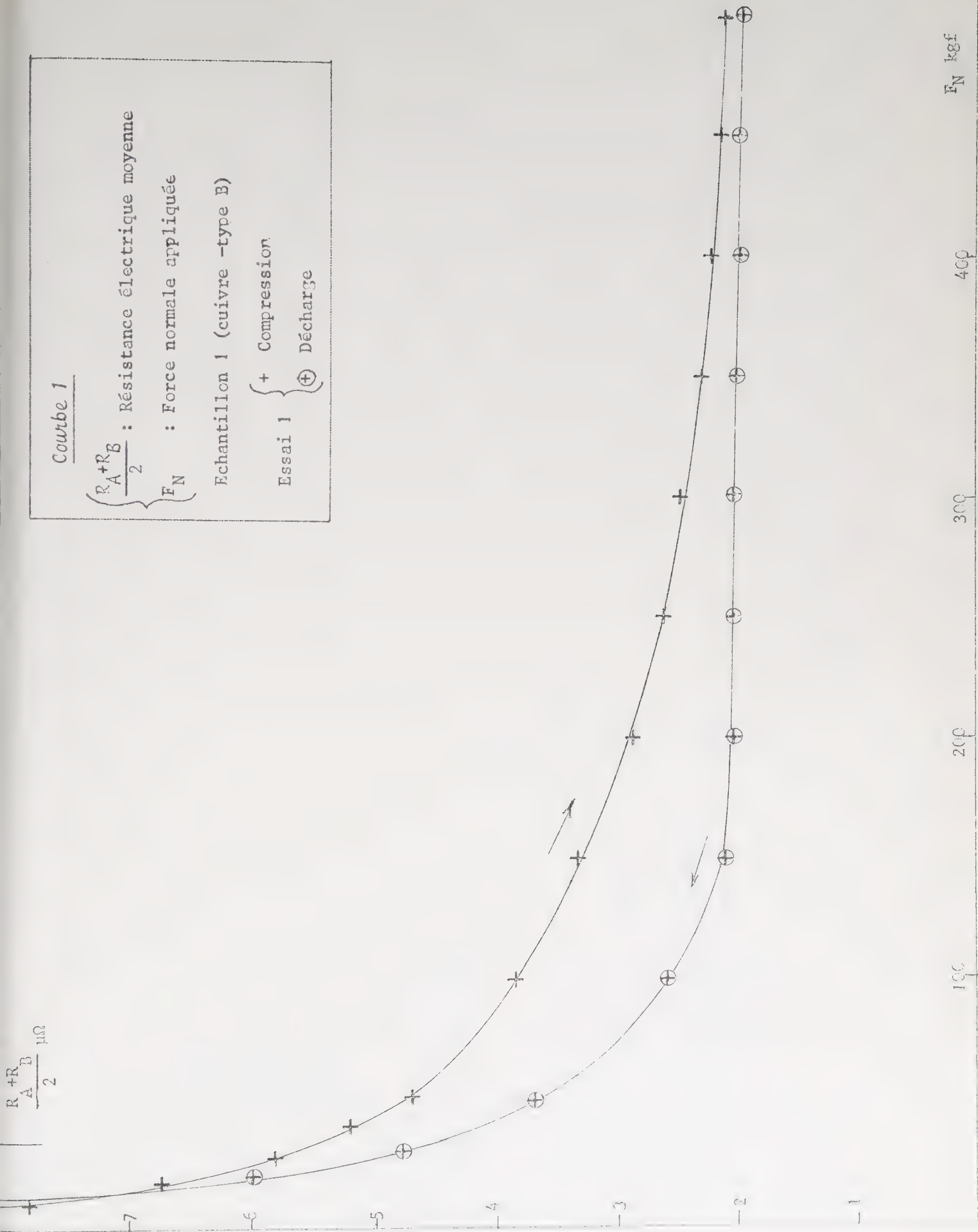
$\frac{R_A + R_B}{2}$: Résistance électrique moyenne

F_N : Force normale appliquée

Echantillon 1 (cuivre -type B)

Essai 1 { + Compression

(+ Décharge



F_N kgf

400

300

200

100

-1

-2

-3

-4

-5

-6

-7

1. 2.

3. 4.

5. 6.

7. 8.

9. 10.

11. 12.

13.

14.

15.

16.

17.

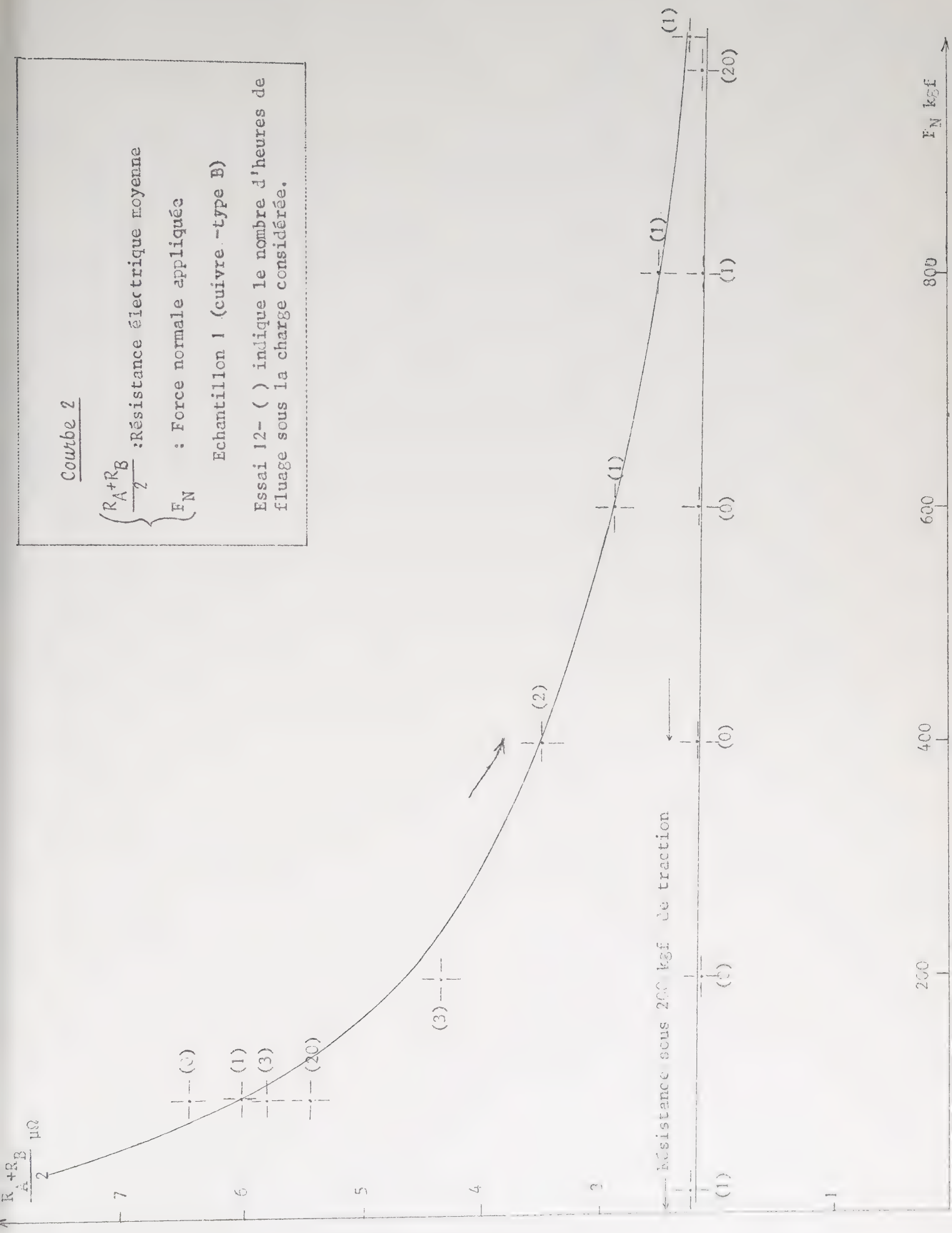
18.

19.

20.

21.

22.

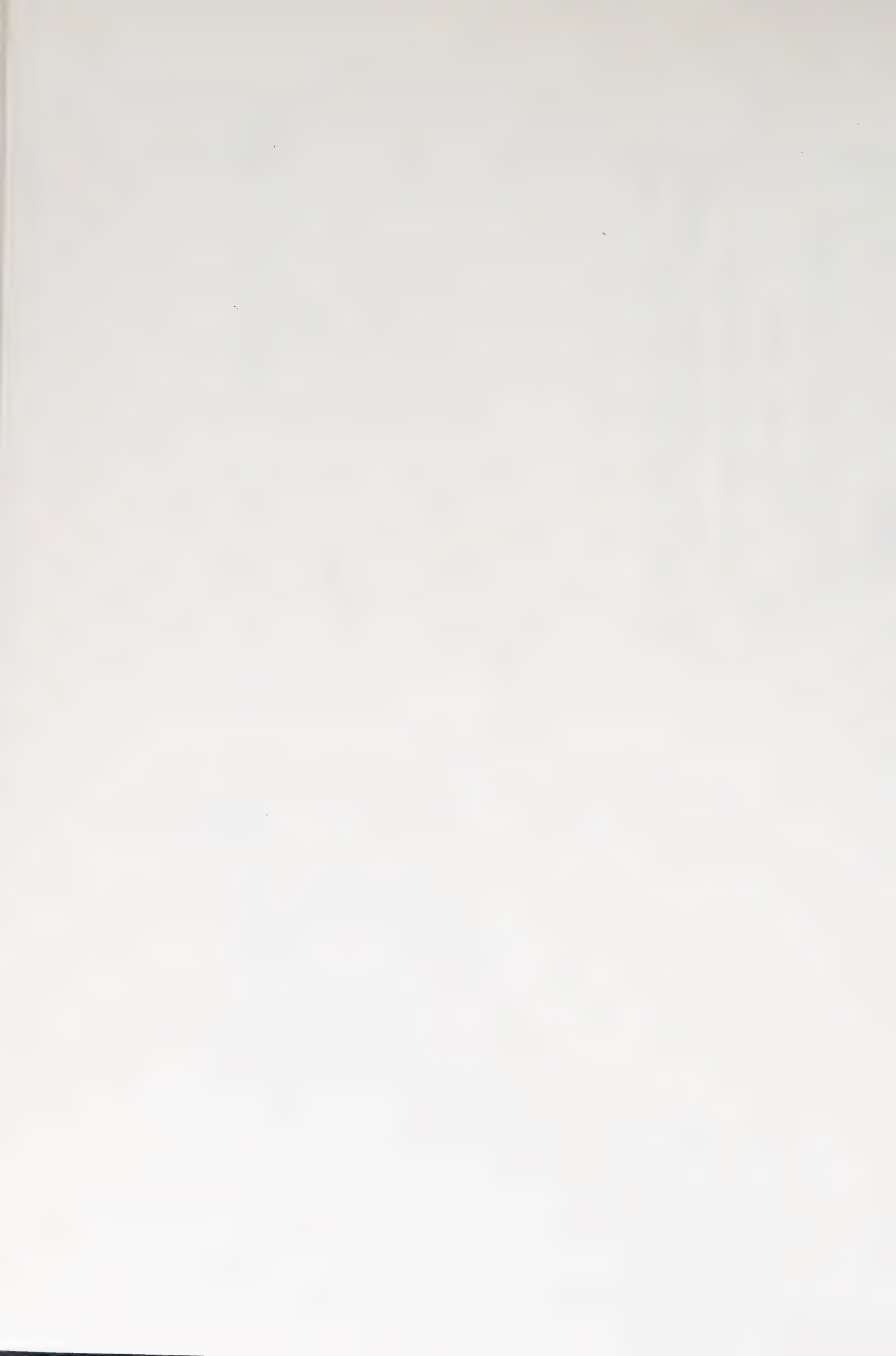


Courbe 2

$\left\{ \frac{R_A + R_B}{2} \right.$: Résistance électrique moyenne
 F_N : Force normale appliquée

Echantillon 1 (cuivre - type B)

Essai 12- () indique le nombre d'heures de fluage sous la charge considérée.



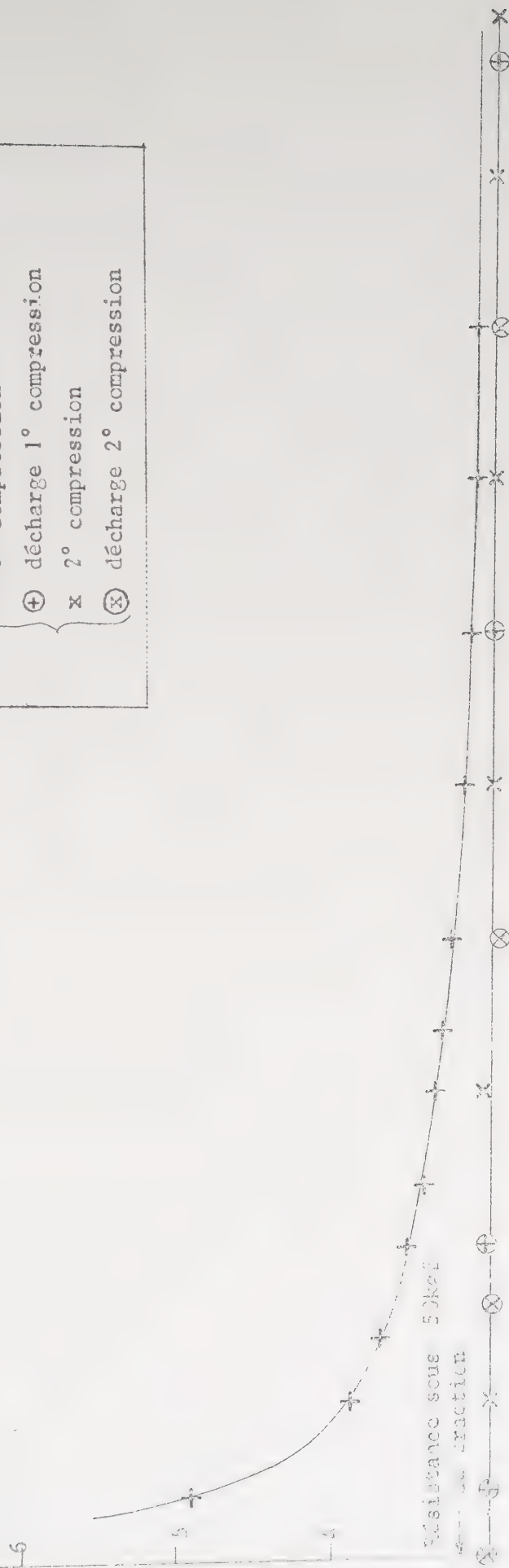
$$\frac{R_A + R_B}{2} \mu\Omega$$

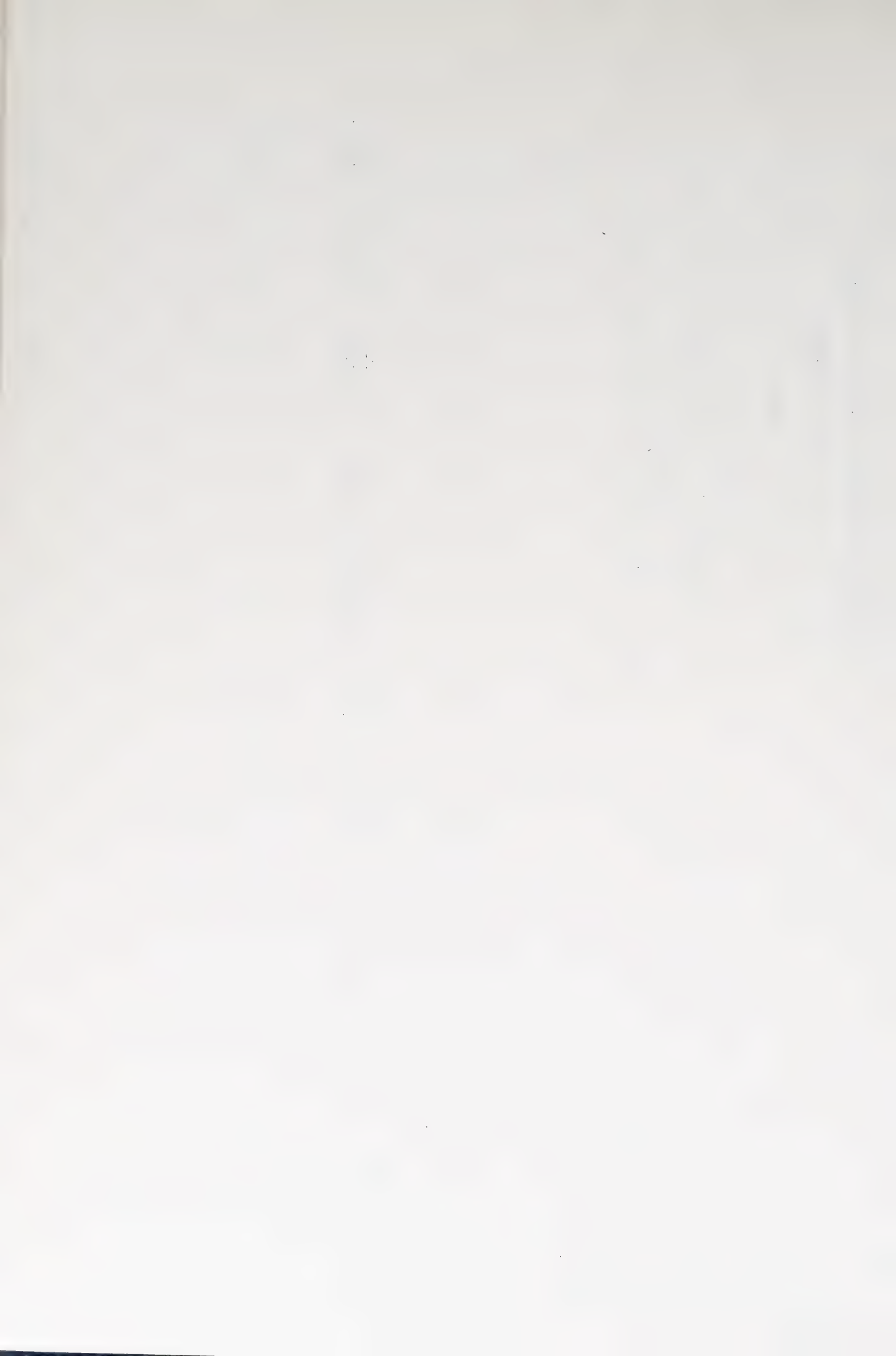
Courbe 3

$\left\{ \begin{array}{l} \frac{R_A + R_B}{2} := \text{Résistance électrique moyenne} \\ F_N : \text{Force normale appliquée} \end{array} \right.$

Echantillon 1 - Essai 8

$\left\{ \begin{array}{l} + 1^\circ \text{ compression} \\ \oplus \text{ décharge } 1^\circ \text{ compression} \\ \times 2^\circ \text{ compression} \\ \otimes \text{ décharge } 2^\circ \text{ compression} \end{array} \right.$





$$\frac{R_A + R_B}{2} - \mu\Omega$$

Courbe 4

$\left\{ \begin{array}{l} \frac{R_A + R_B}{2} : \text{Résistance électrique interfaciale moyenne} \\ F_T : \text{Force de traction} \end{array} \right.$

Echantillon 3 (cuivre -type B)

$\left\{ \begin{array}{l} \times \text{ Essai 5} \\ \times \text{ Essai 7} \end{array} \right.$

Décohésion
à 175 kgf

décohésion $\times$

Décohésions
partielles

Décohésions
partielles

constant
jusqu'à 660 kgf

constant
jusqu'à 580 kgf

F_T kgf

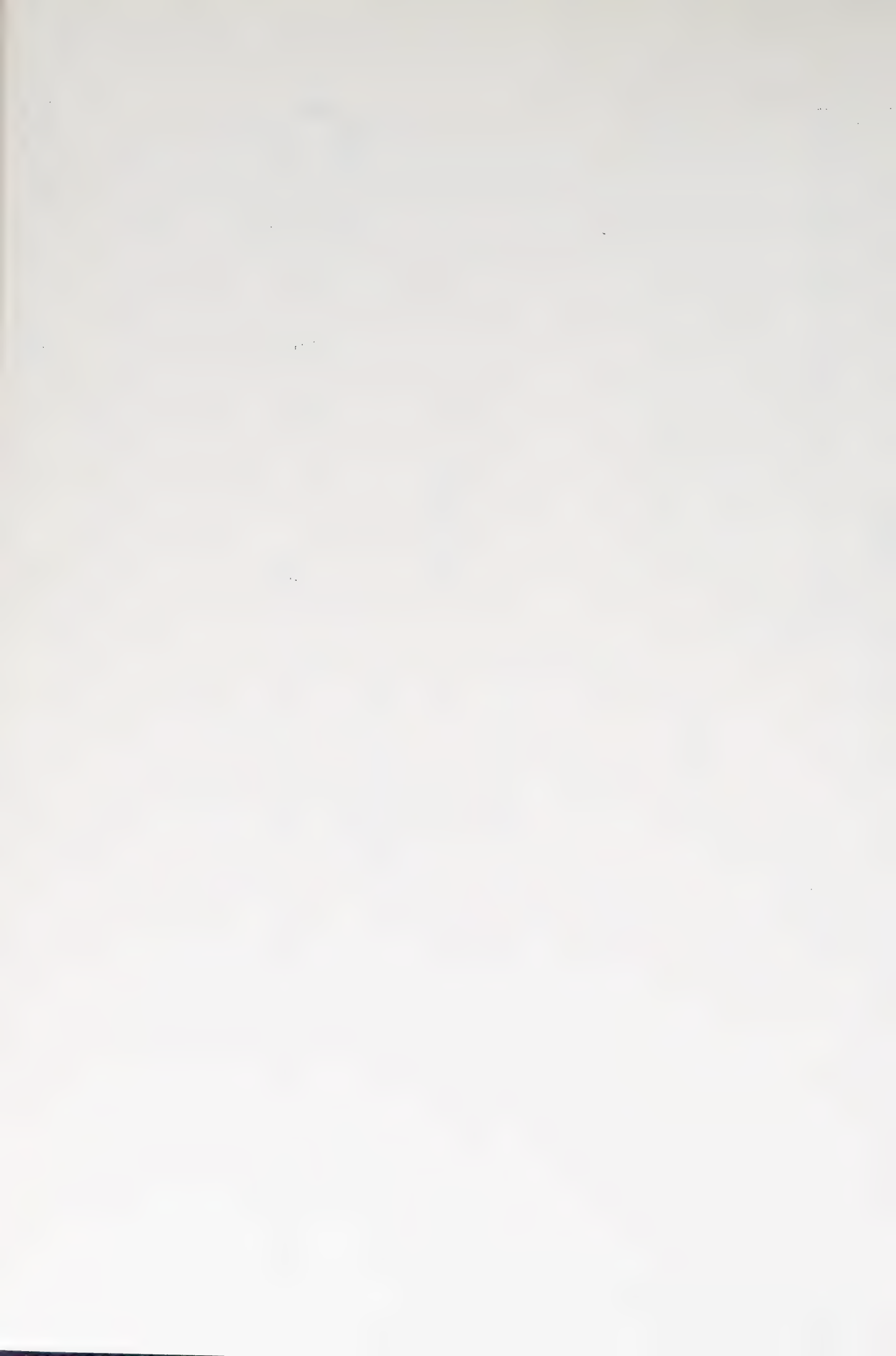
500

400

300

200

100

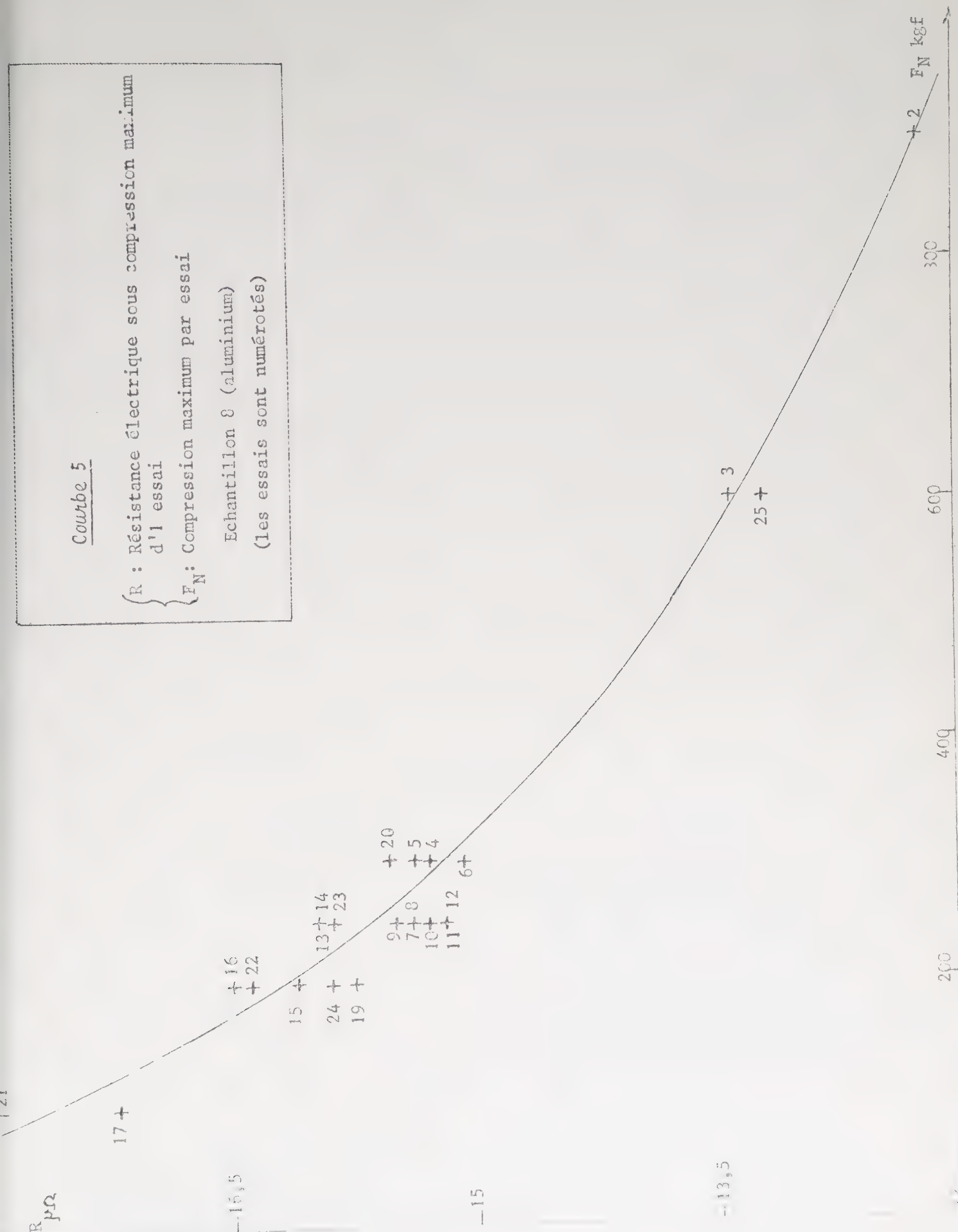


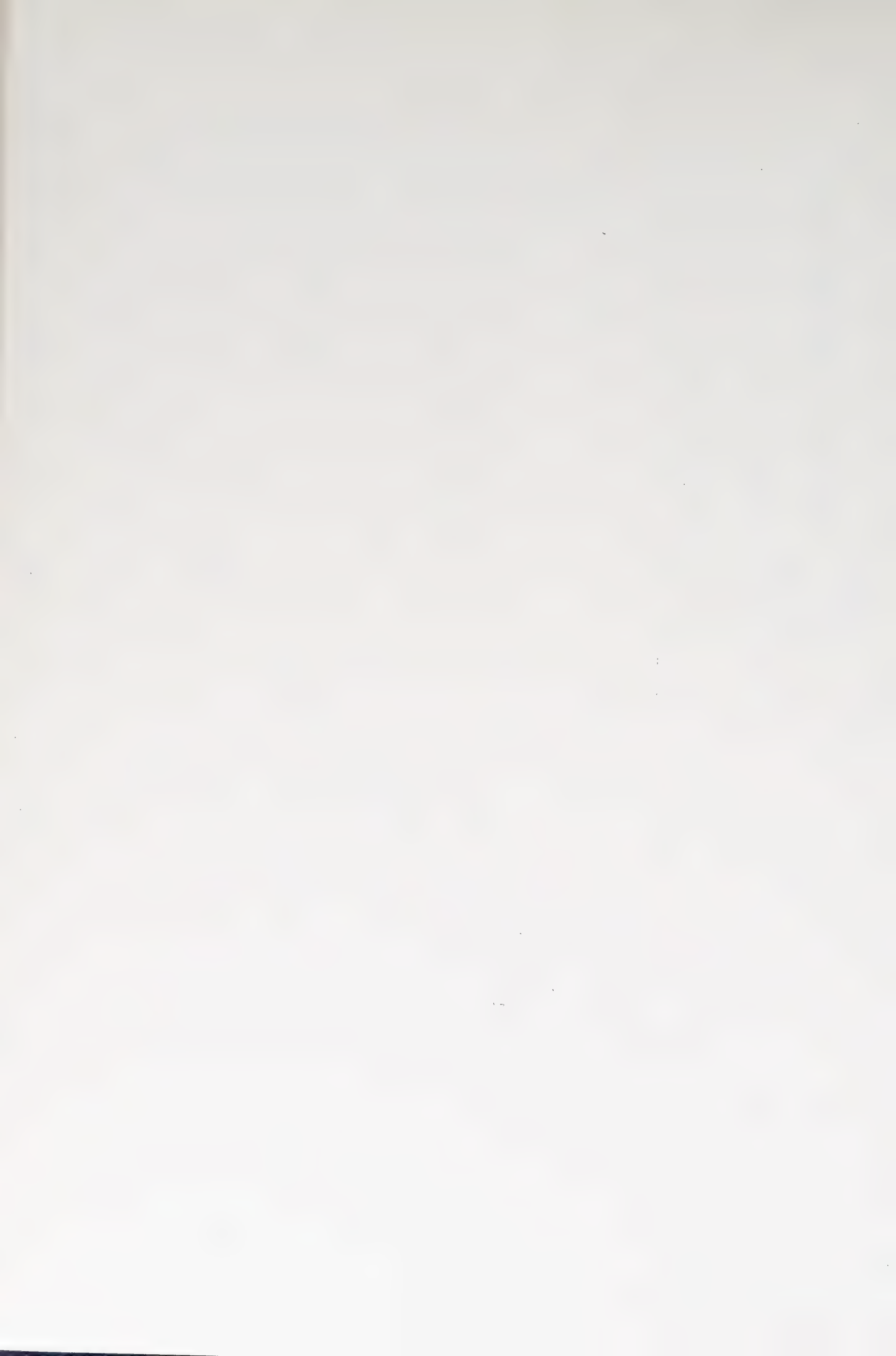
Courbe 5

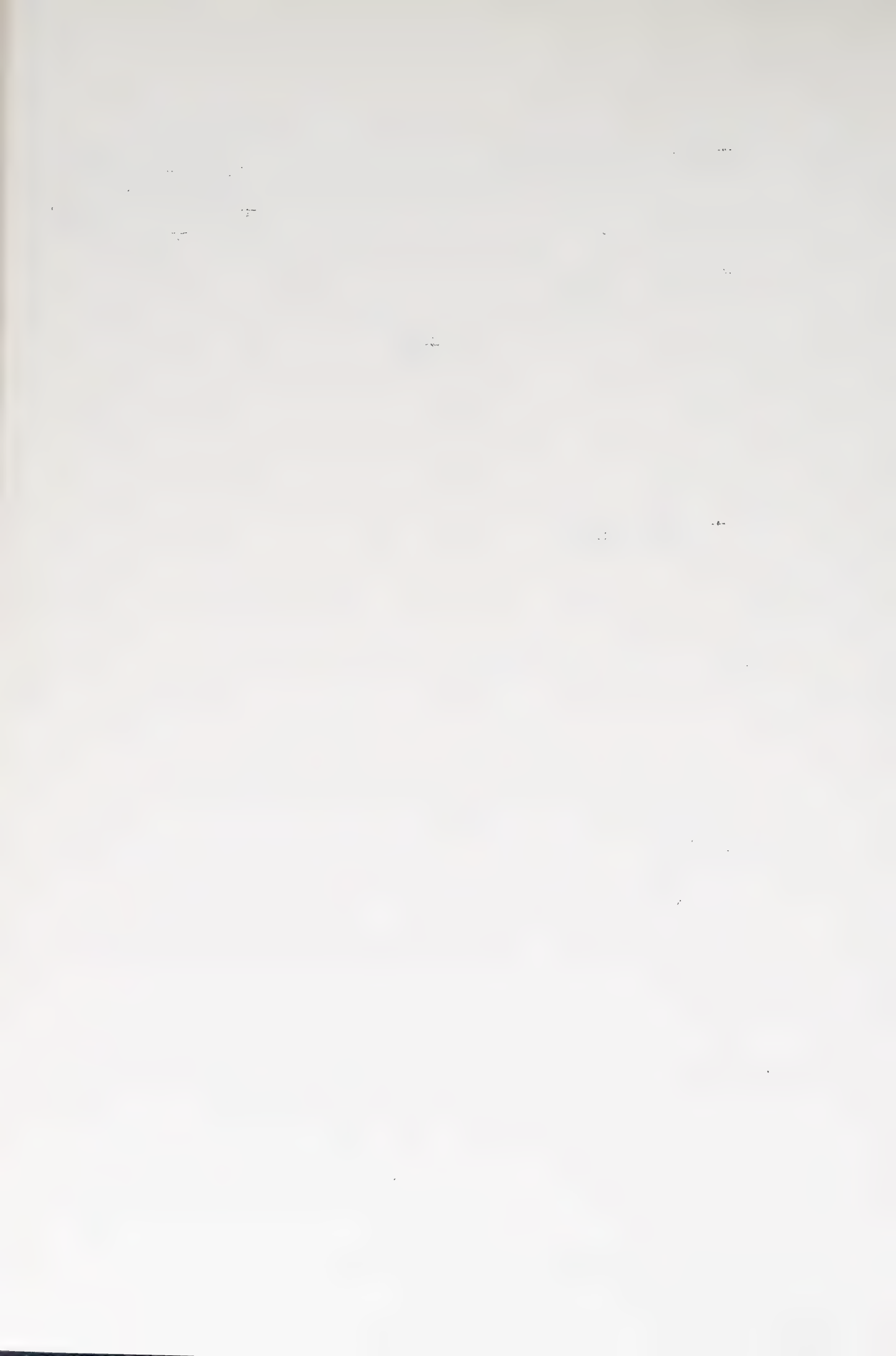
{ R : Résistance électrique sous compression maximum
d'1 essai

{ F_N : Compression maximum par essai

Echantillon 8 (aluminium)
(les essais sont numérotés)





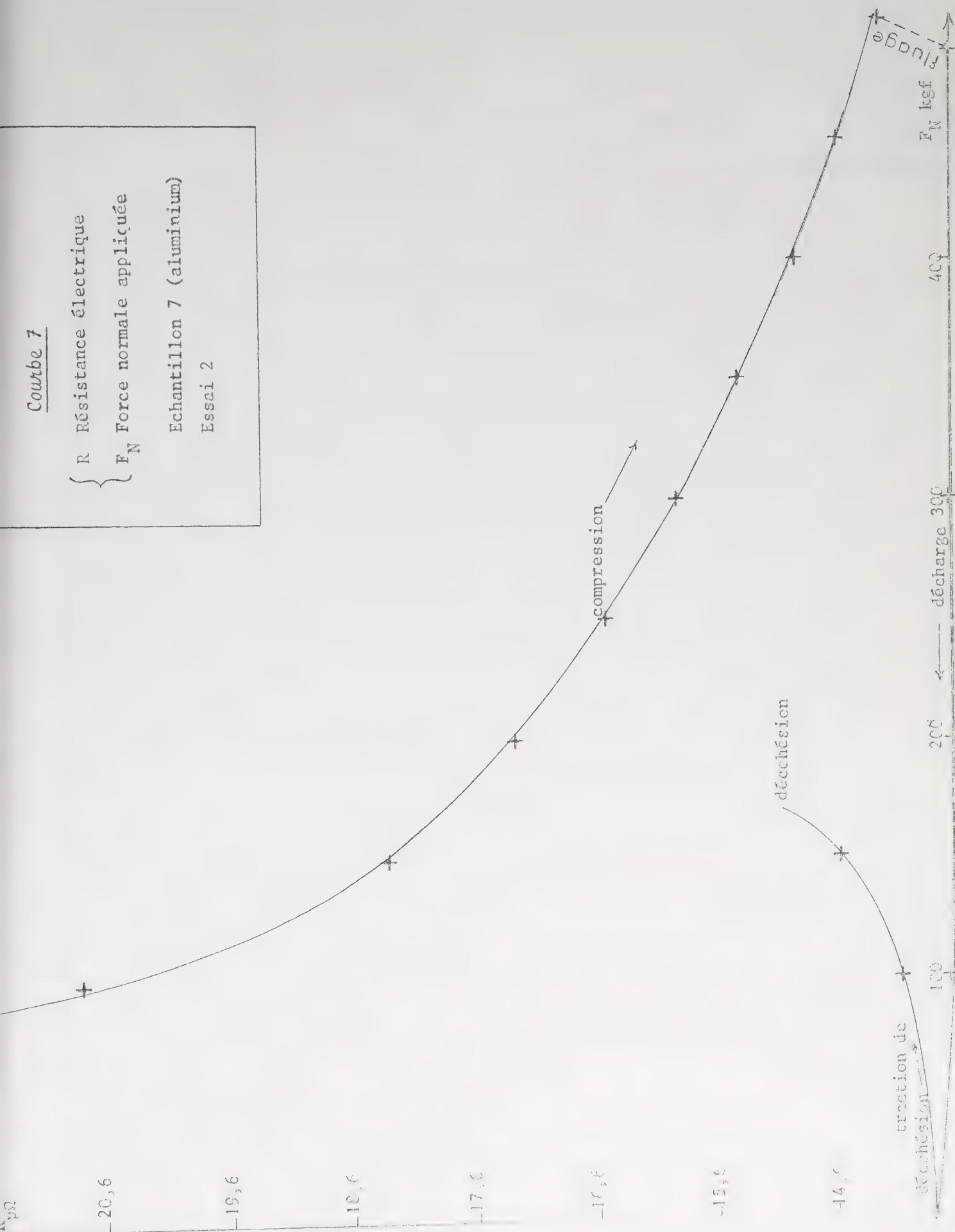


Courbe 7

$\left\{ \begin{array}{l} R \text{ Résistance électrique} \\ F_N \text{ Force normale appliquée} \end{array} \right.$

Echantillon 7 (aluminium)

Essai 2





R $\mu\Omega$

20

19

18

17

16

15

14

13

12



Courbe 8

- R : Résistance électrique minimum par essai
- F_a : Force de décohésion

Echantillon 18 (aluminium)
(les essais sont numérotés)

ΔR
correspondant à
un fort accrois-
sement de com-
pression

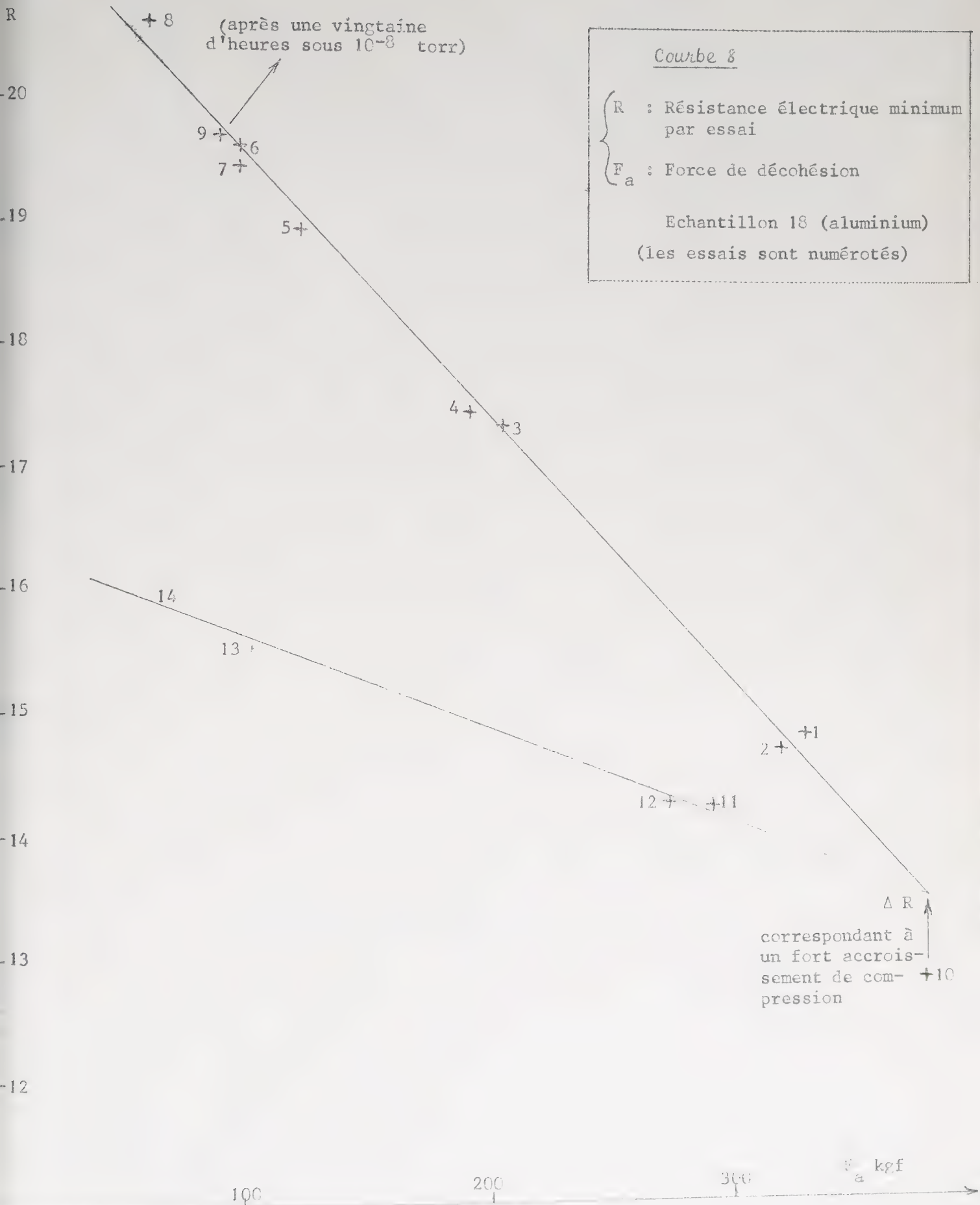
100

200

300

kcf







$R_{\mu\Omega}$

18

↑
21

Courbe 9

- { R Résistance électrique minimum
par essai
- { F_a Force de décohéSION

Echantillon 8 (aluminium)

(les essais sont numérotés)

17 +

16 +

+ 22

+ 19

+ 14

15 + + 23

24 + + 13

8 +

12 +

11 +

10 +

4 + 20

+ 7 et 9

+ 6

+ 5

+ 26 (après 10mn sous 10^{-3} torr)

F_c 10 f

25

100

200

300

400



A
 $R_{\mu\Omega}$

Courbe 10

{ R : Résistance électrique minimum par essai
F_a : Force de déchésion correspondante

Echantillon 9 (cuivre)

(chaque essai est numéroté)

13 +

+ 16

+ 15

+ 17

+ 5

12 +

+ 8

+ 10

+ 6

+ 11

+ 4

3 +

+ 18

+ 9

+ 7

2 →

100

200

300

400

F_a kgf



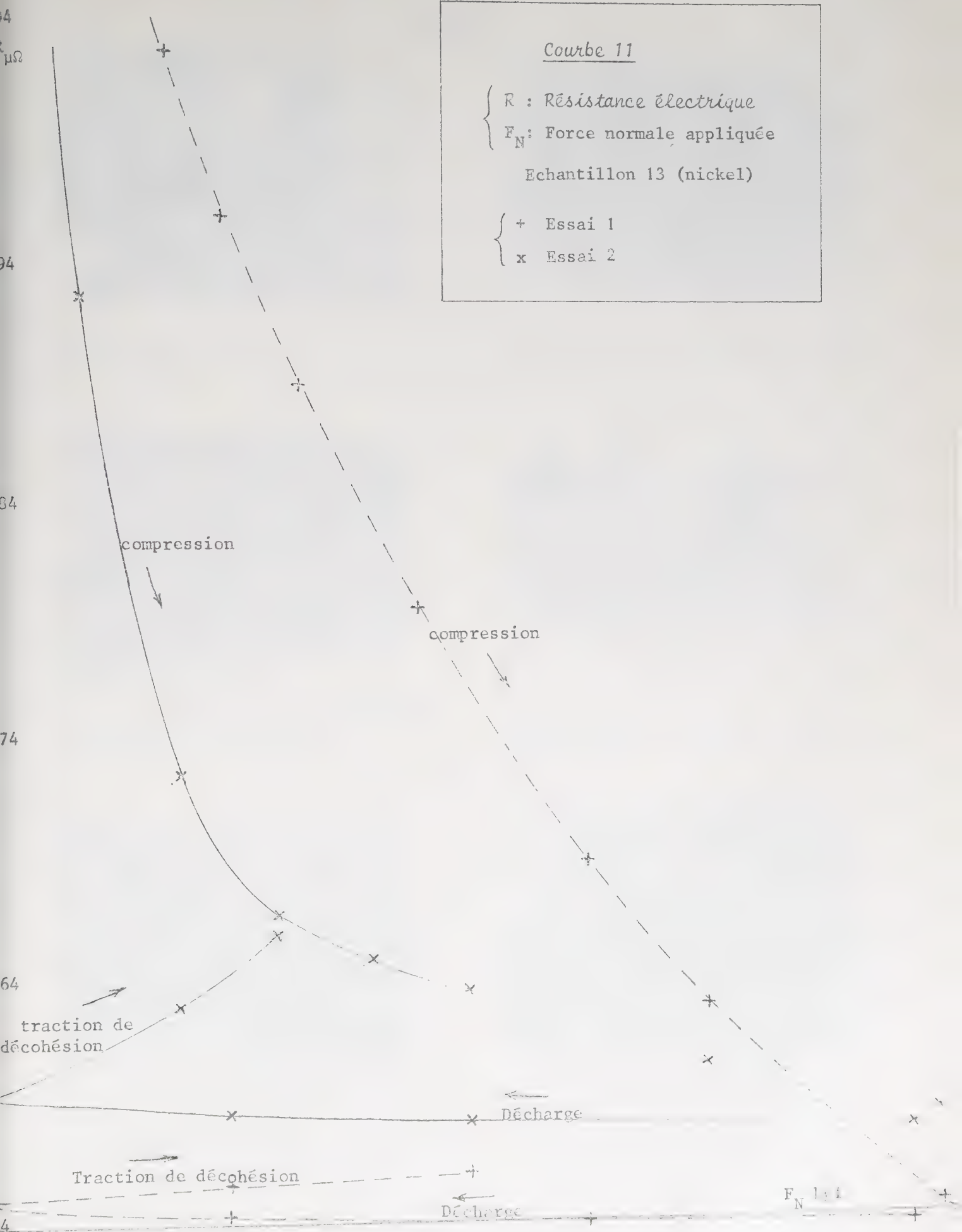
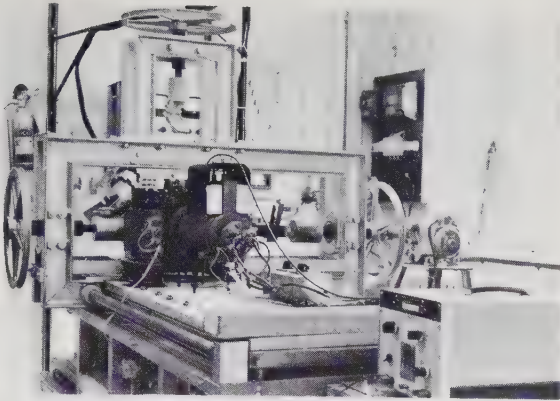
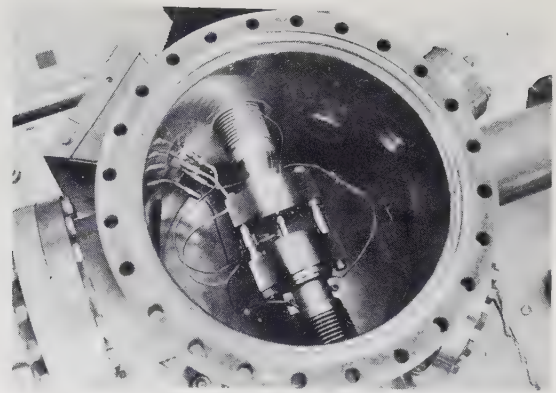




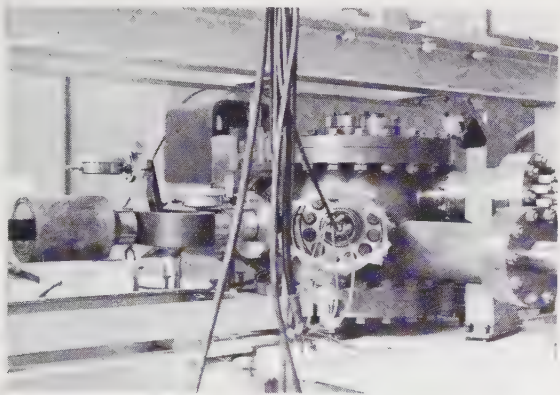
PLANCHE I



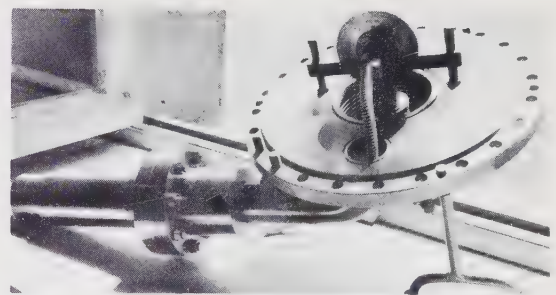
Vue générale du 1er montage



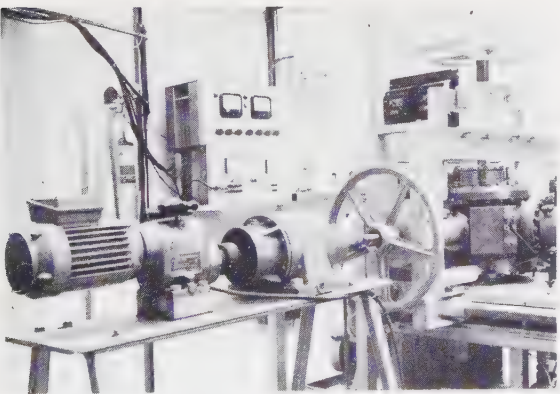
Dispositif de fixation et d'alignement des échantillons



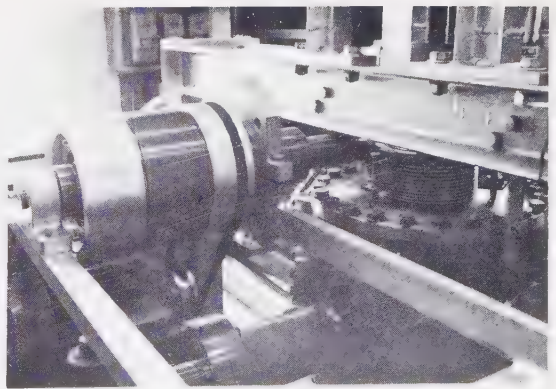
Vue partielle { mesure des forces et des déplacements
jauge insérable à ultra-vide
tête du spectromètre de masse



Fixation du dispositif de sciage sur le couvercle de l'enceinte



Détail { dispositif horizontal de traction-compression
dispositif vertical de descente de la scie



Entrainement du passage magnétique tournant

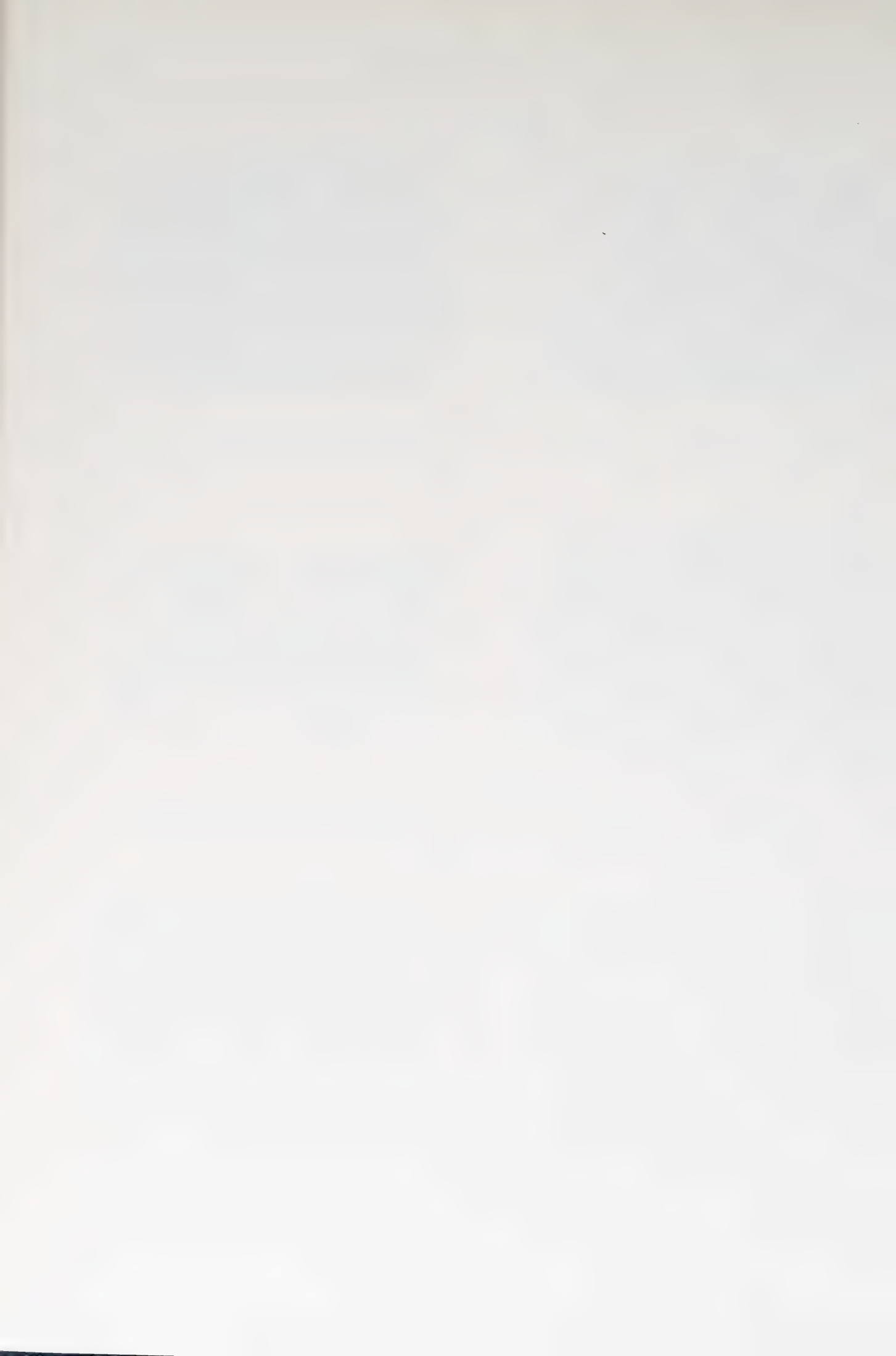
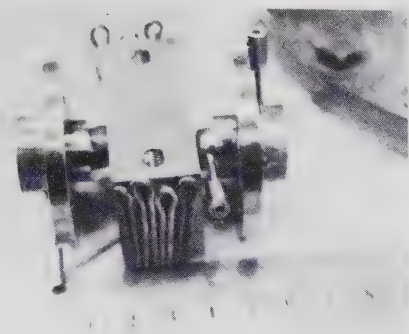


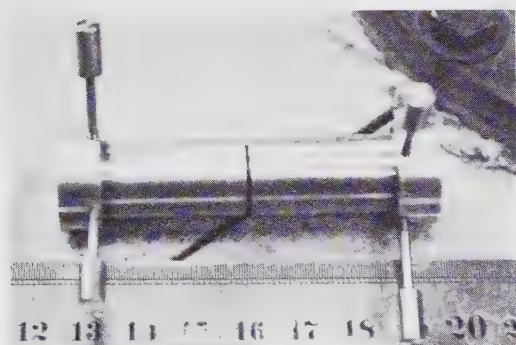
PLANCHE II



Echantillon du type a



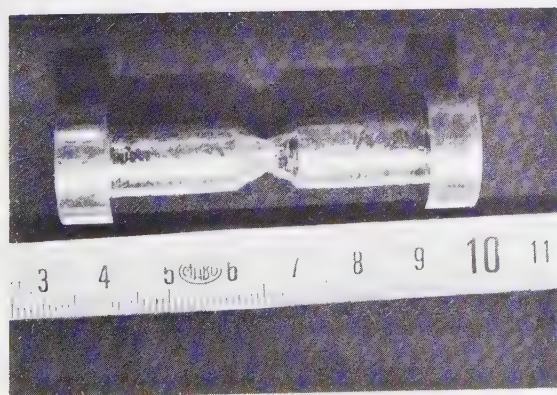
Echantillon 57 du type d après essais



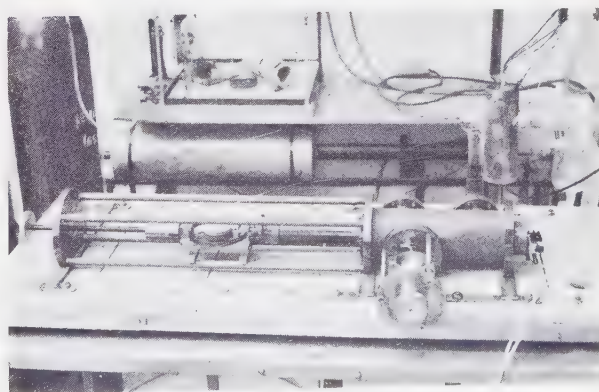
Echantillon du type b avant essais



Détail de fixation des échantillons monocristallins



Echantillon 20 du type c après essais



Montage expérimental pour rubans d'aluminium

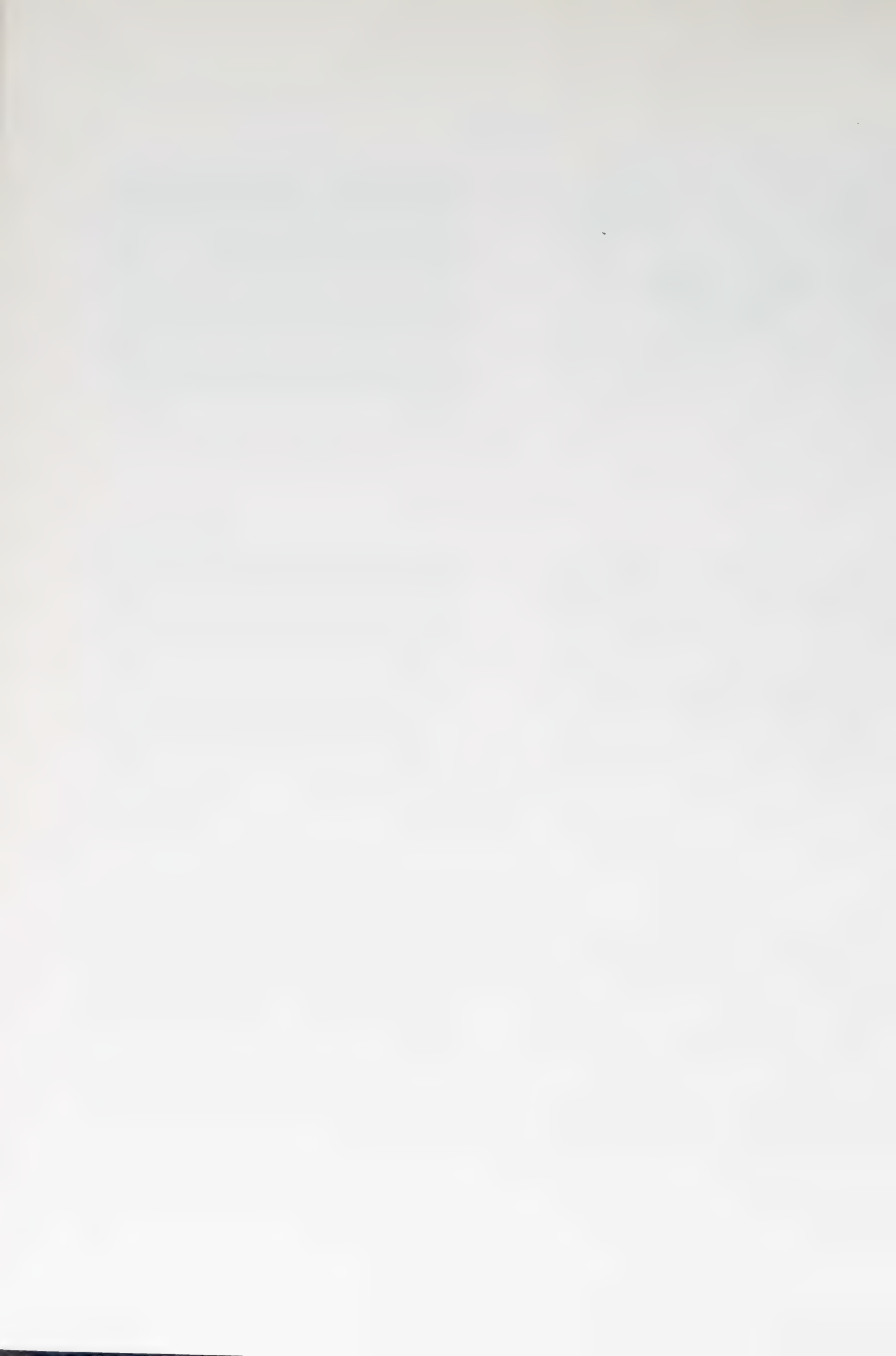
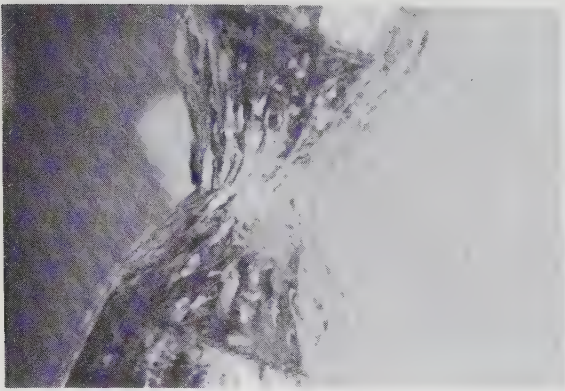
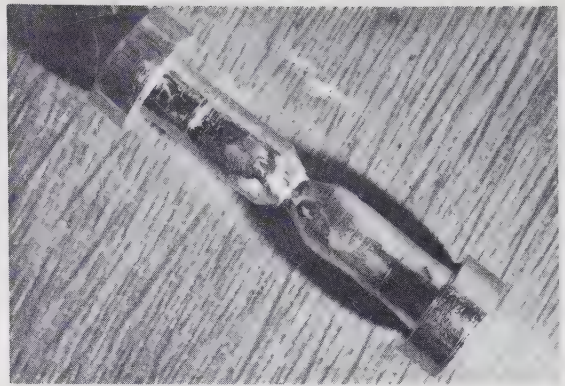


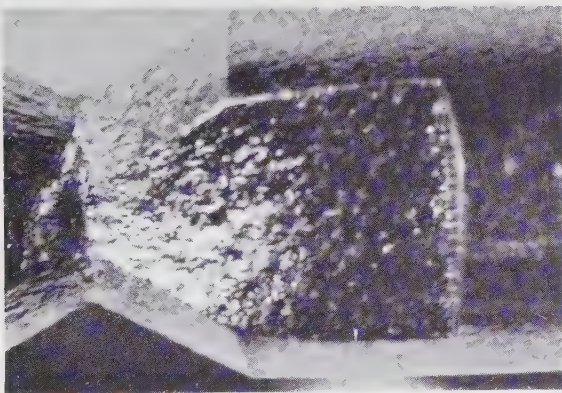
PLANCHE III



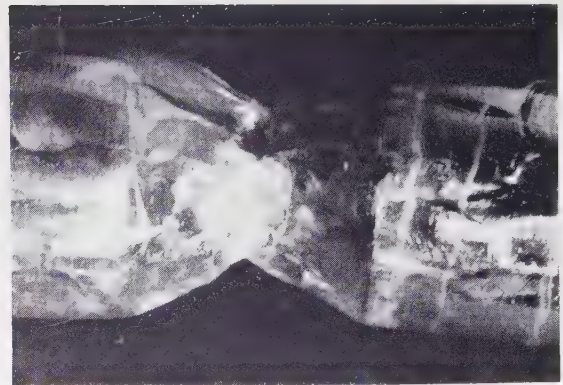
Détail échantillon 25



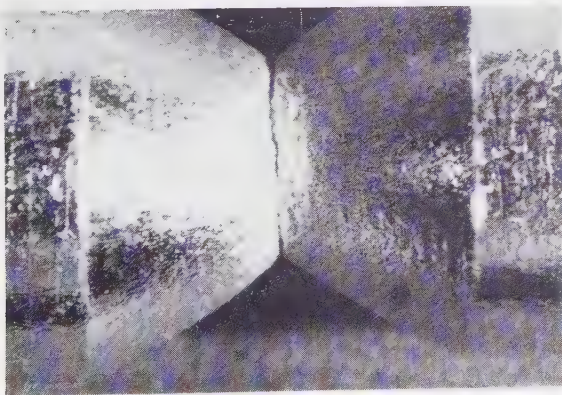
Echantillon 29



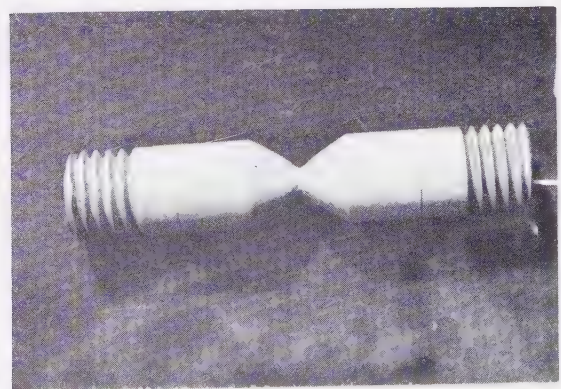
Détail échantillon 26



Détail échantillon 31

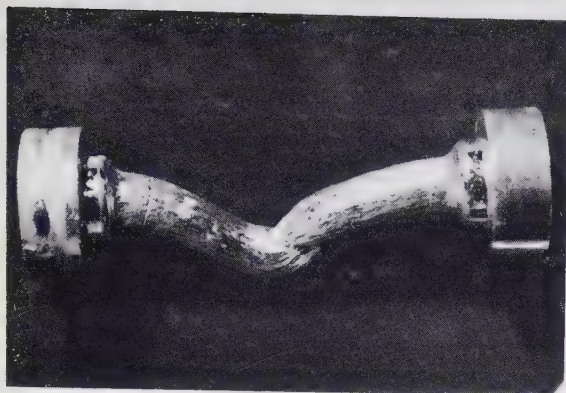


Détail échantillon 28

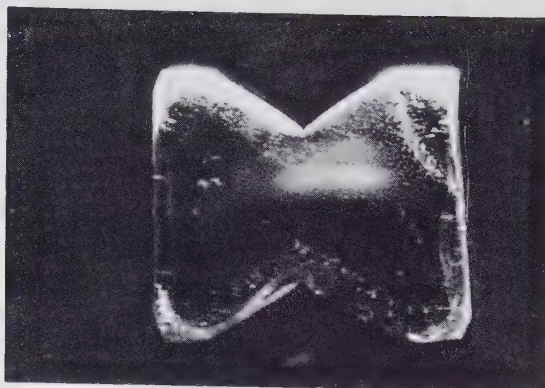


Echantillon 32

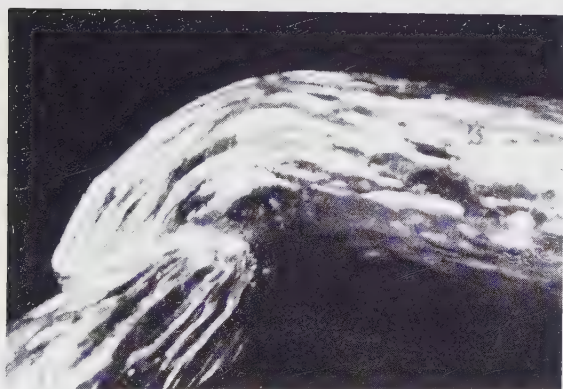
PLANCHE IV



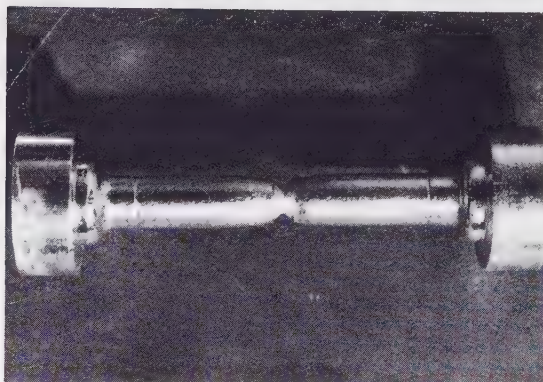
Echantillon 33



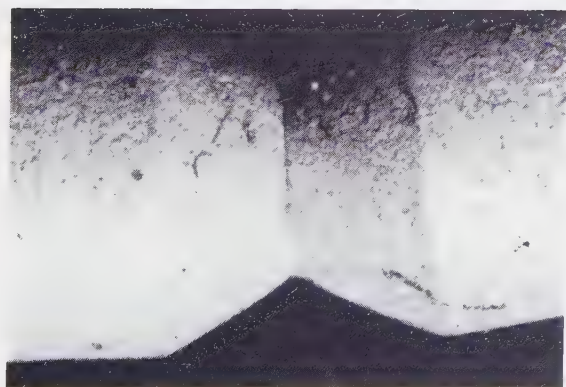
Coupe longitudinale échantillon 34 après adhésion



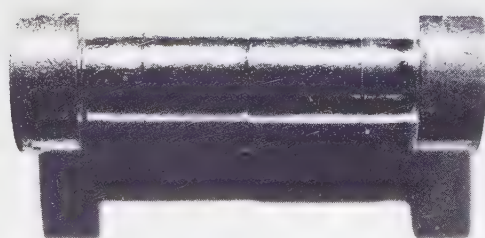
Détail échantillon 33



Echantillon 36 après adhésion

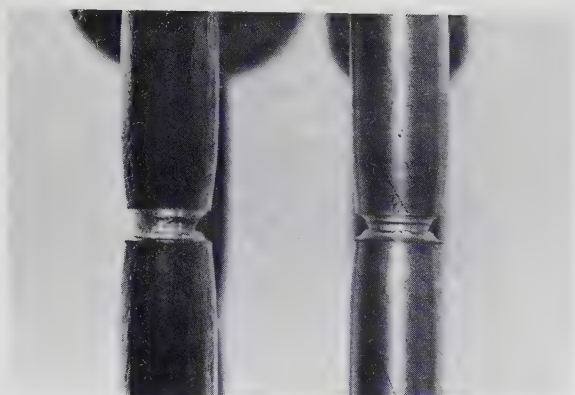


Détail échantillon 34

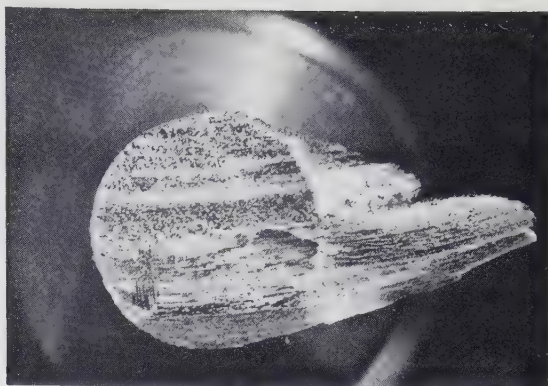


Echantillon 38 après adhésion

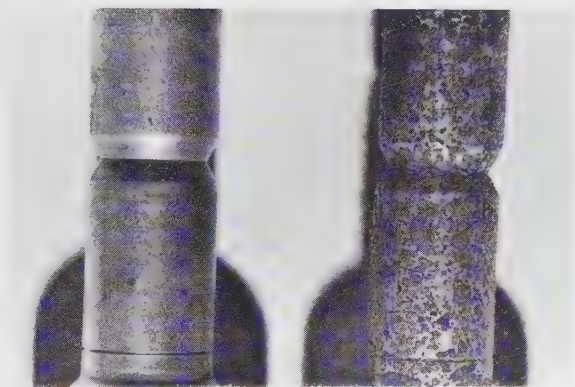
PLANCHE V



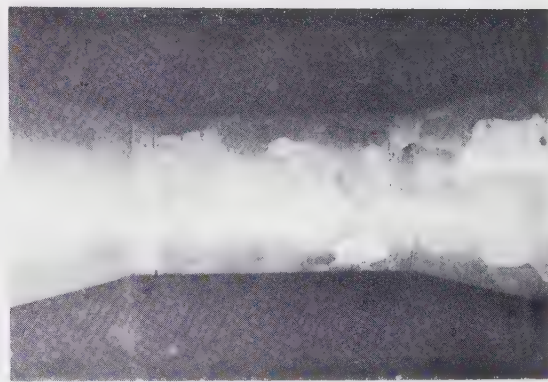
Comparaison échantillons initialement identiques :
après adhésion à gauche 40 (Cu), à droite 41 (Ag)



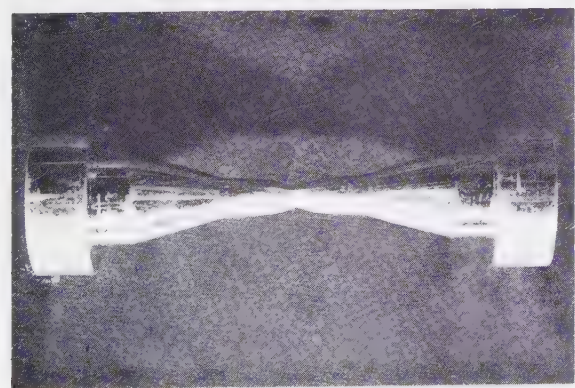
Surface non adhérente échantillon 66



Echantillon 43 (laiton dézincifié)
A gauche : avant l'essai ; à droite : après adhésion



Mise en évidence du grain échantillon 67



Echantillon 52 après adhésion



Echantillon 68 légèrement adhérent



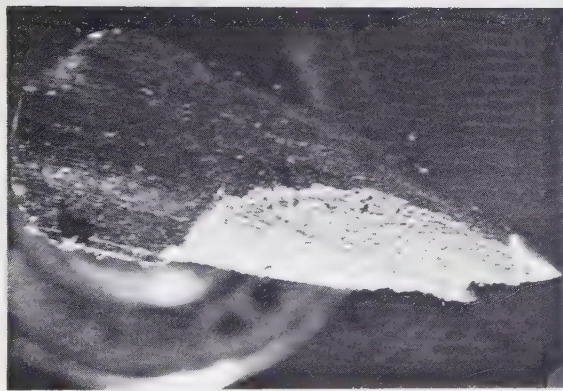
PLANCHE VI



Echantillon 50



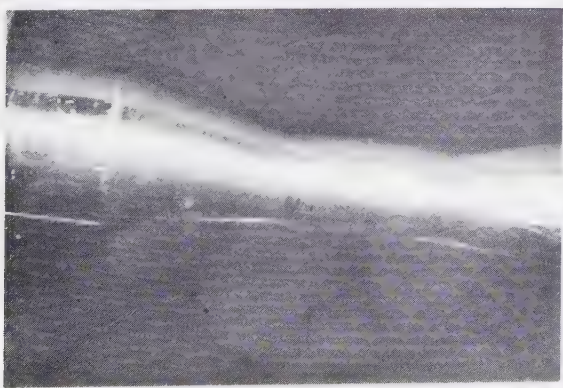
Echantillon 60 (recouvert en partie de titane) après adhésion



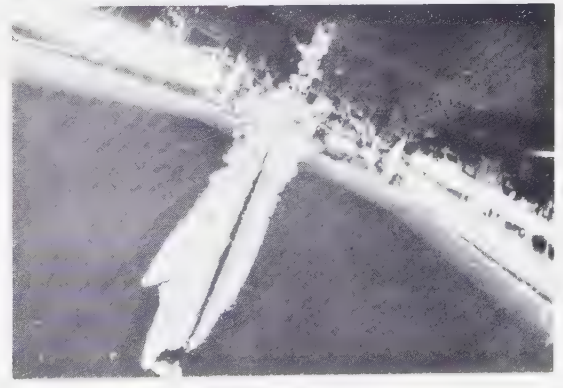
Surface non adhérente échantillon 55



Echantillon 61 après adhésion



Echantillon 58 après adhésion



Echantillon 62 après adhésion

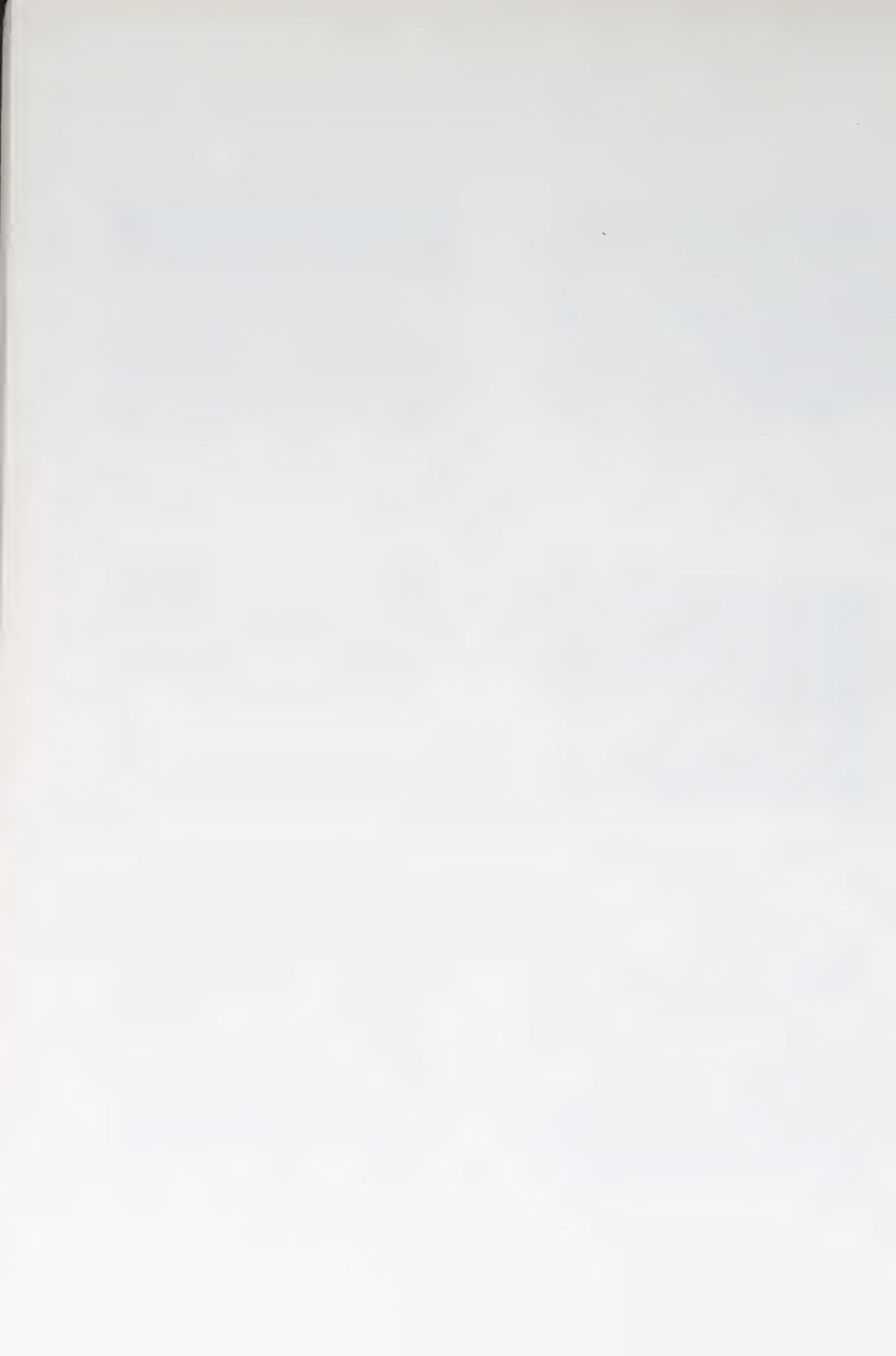
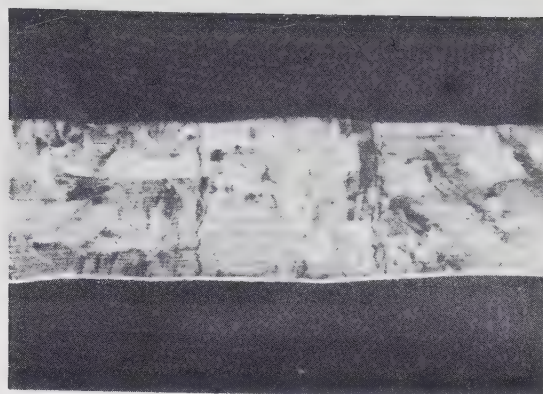


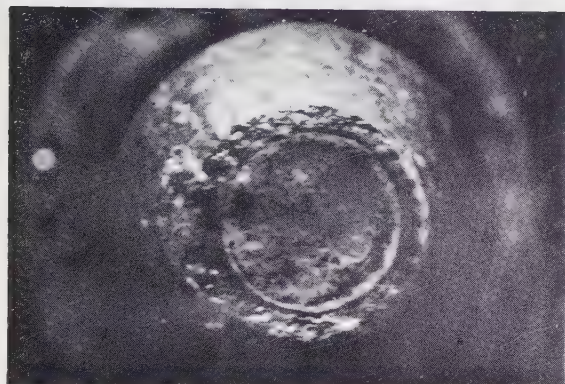
PLANCHE VII



Surface non adhéree échantillon 27



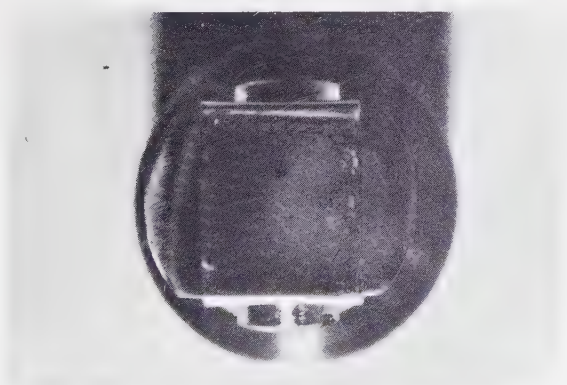
Surface ruban 3 après compression



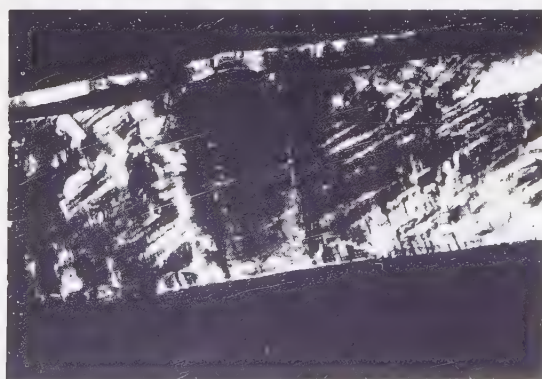
Surface non adhéree échantillon 56



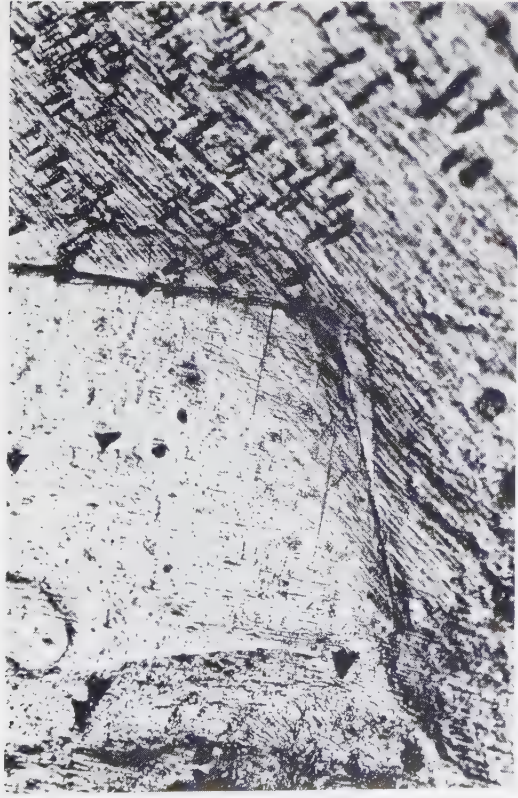
Empreinte de compression sur le ruban 8 non adhére



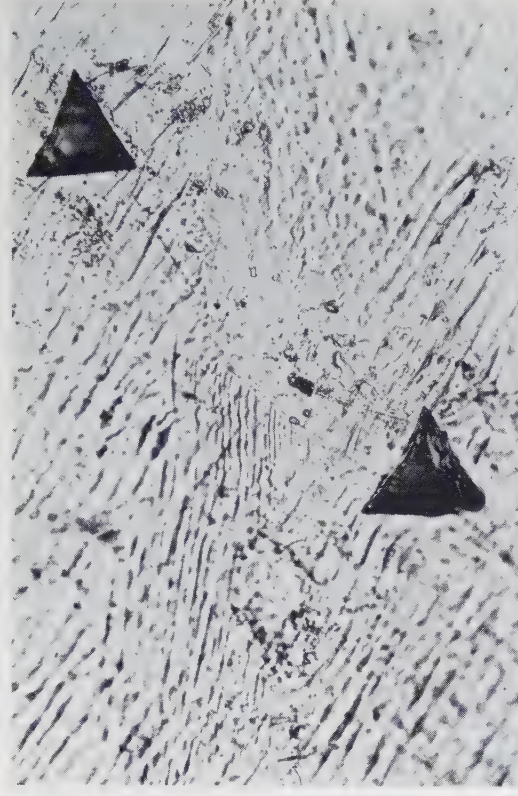
Ruban échantillon 47 après compression



Ruban 9 bien adhére



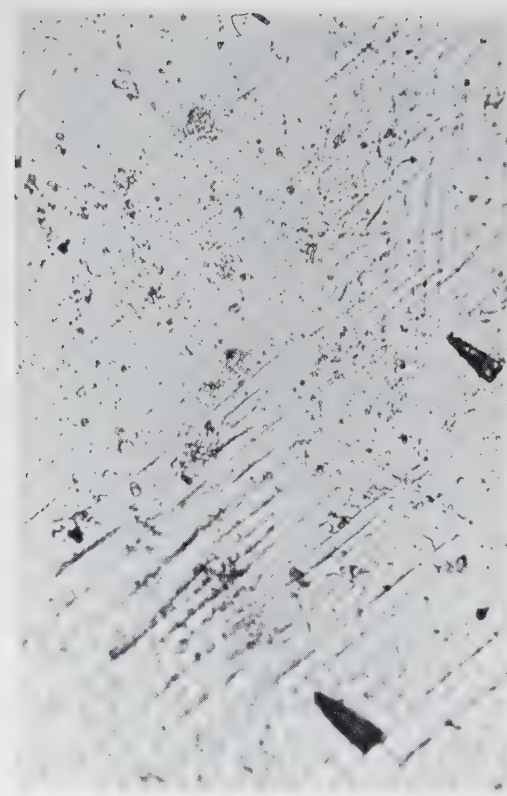
Surface d'adhésion échantillon 27 après décohésion X95



Surface d'adhésion échantillon 27 après décohésion X422



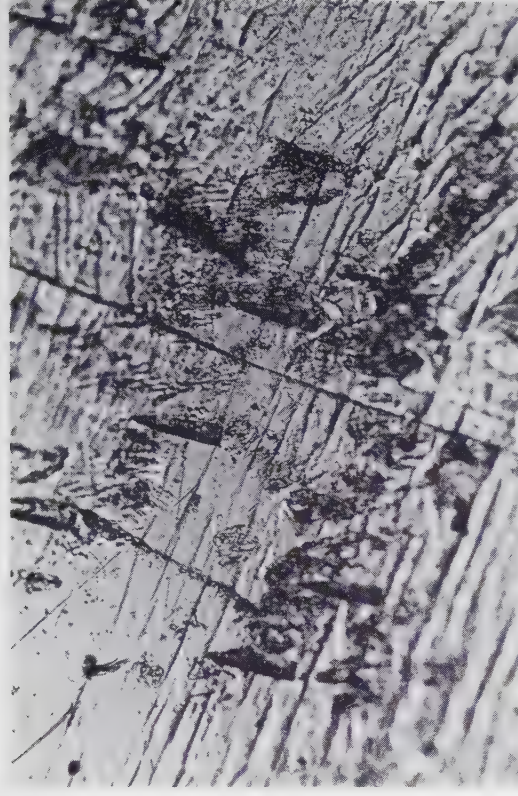
Surface d'adhésion échantillon 27 après décohésion X95



Surface d'adhésion échantillon 27 après décohésion X422



Surface d'adhésion échantillon 27 après décohésion X422



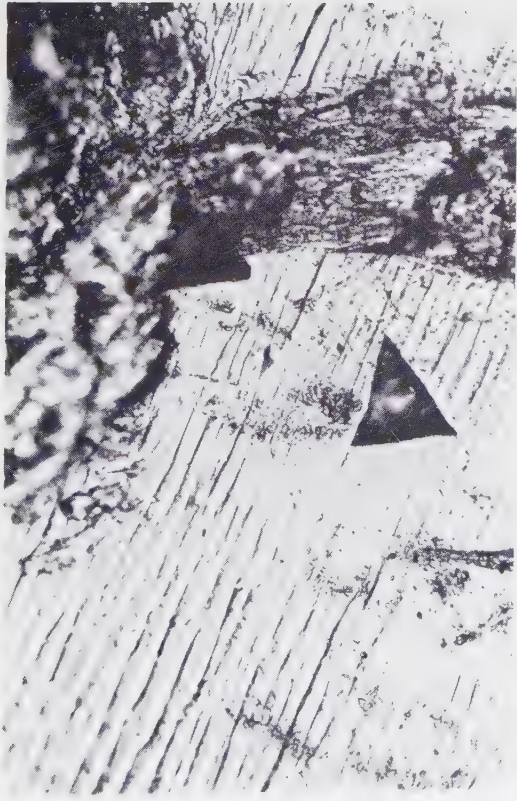
Surface d'adhésion échantillon 27 après décohésion X422



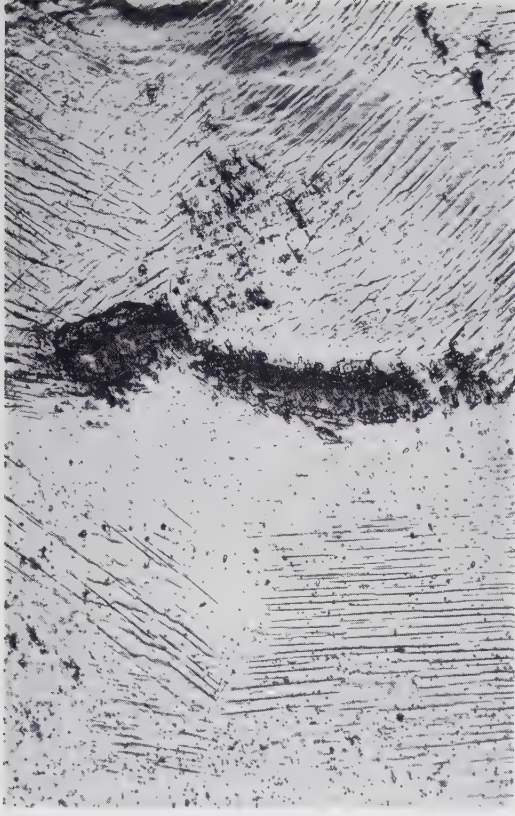
Surface d'adhésion échantillon 27 après décohésion X422



Surface d'adhésion échantillon 27 après décohésion X422



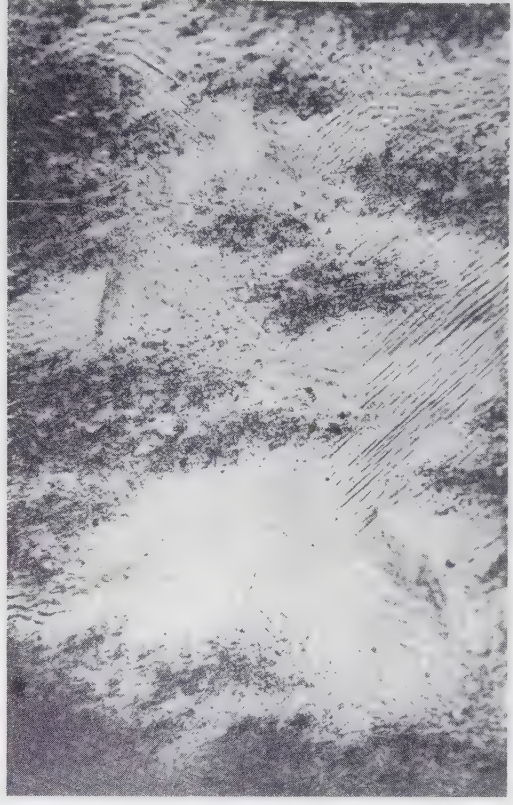
Surface d'adhésion échantillon 27 après décohésion X422



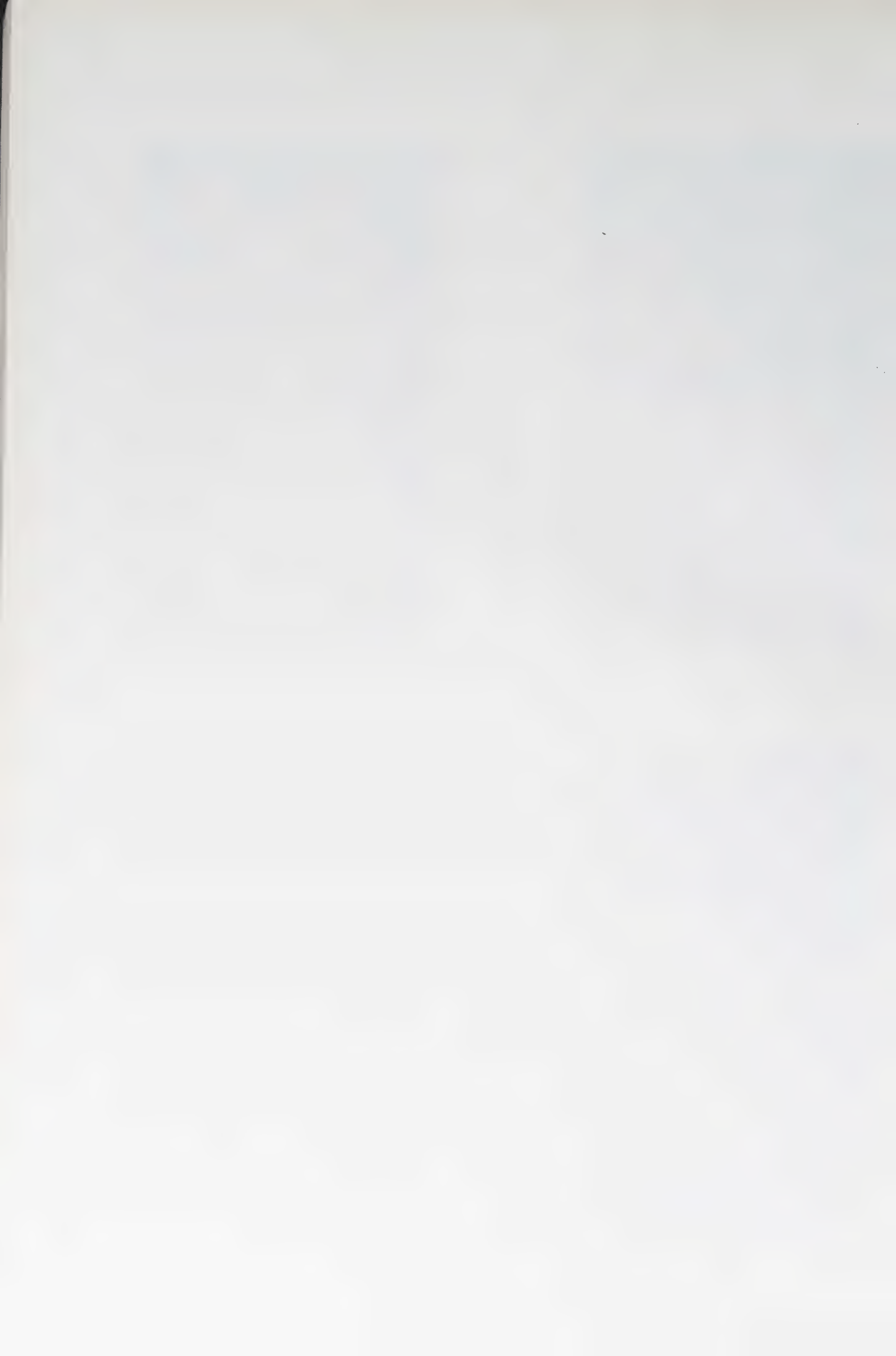
Surface d'adhésion échantillon 47 après décohésion X300

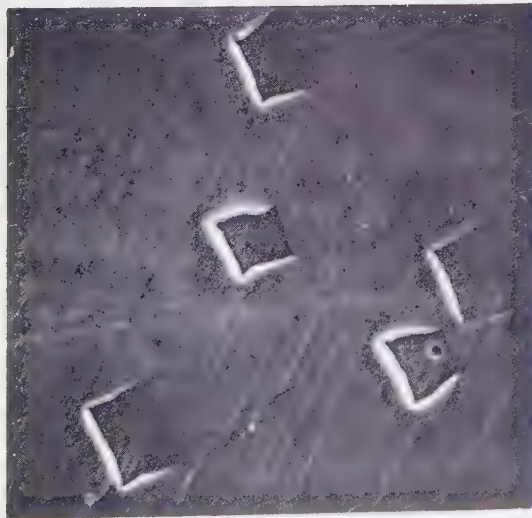


Surface d'adhésion échantillon 27 après décohésion X422

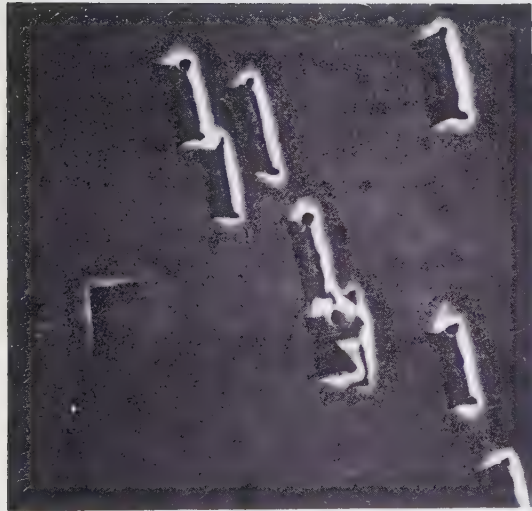


Surface d'adhésion échantillon 56 après décohésion X180





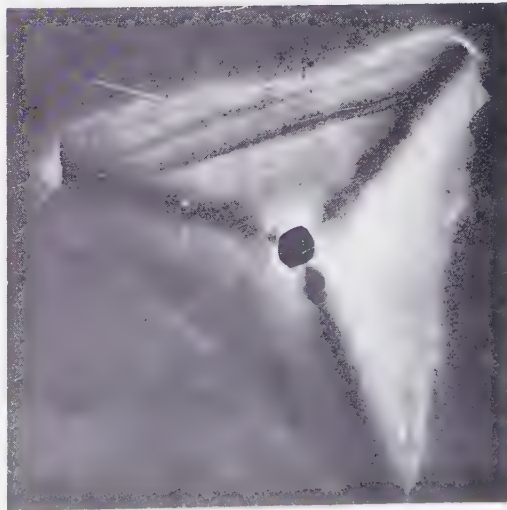
Détail surface d'adhésion échantillon 27
X400 — microscope à balayage —



Détail surface d'adhésion échantillon 27
X400



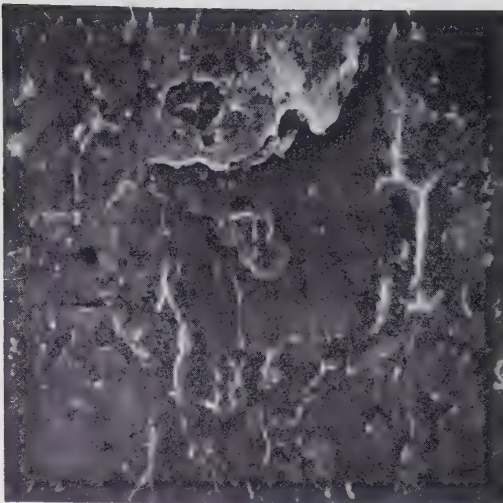
Détail surface d'adhésion échantillon 27
X700



Détail d'une marque d'adhésion
échantillon 27 X1500

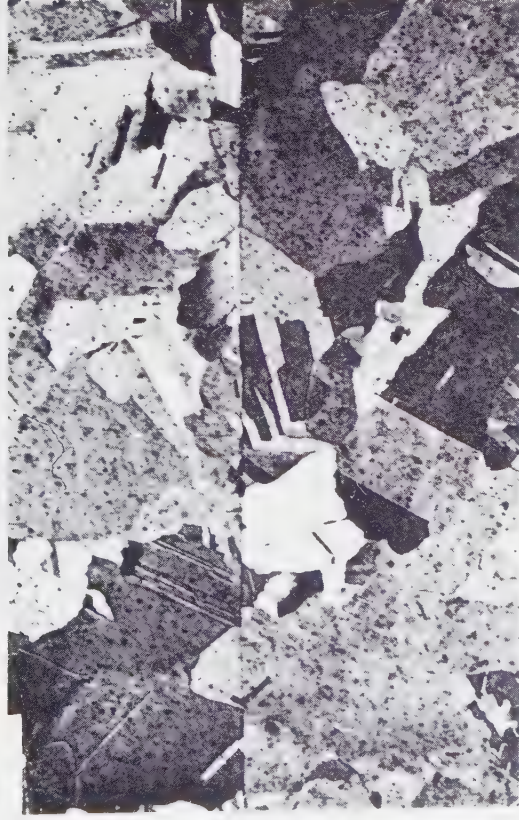


Détail surface d'adhésion échantillon 27
X3500



Détail surface d'adhésion échantillon 56
X3800

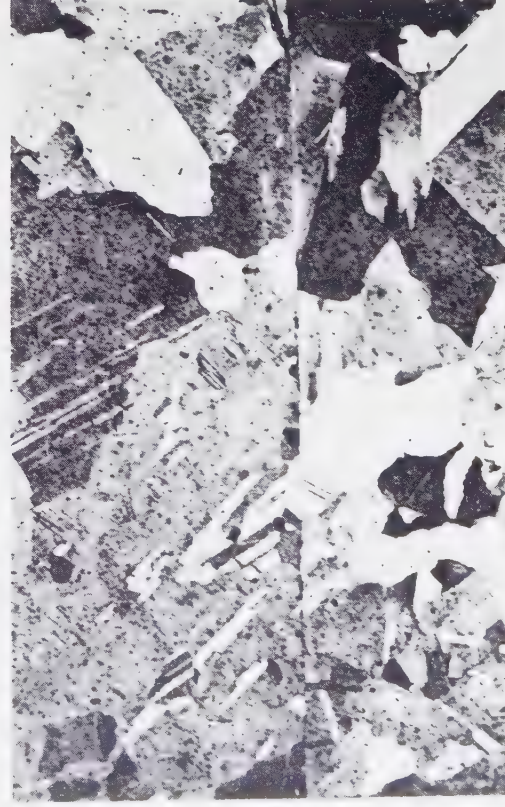
PLANCHE XII



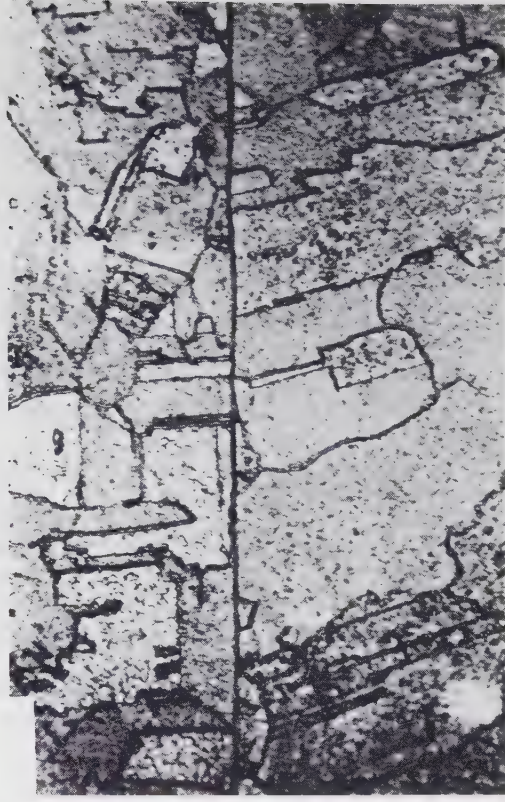
Zone d'adhésion échantillon 38 X300



Zone d'adhésion échantillon 38 X422



Zone d'adhésion échantillon 38 X300



Zone d'adhésion échantillon 38 X422



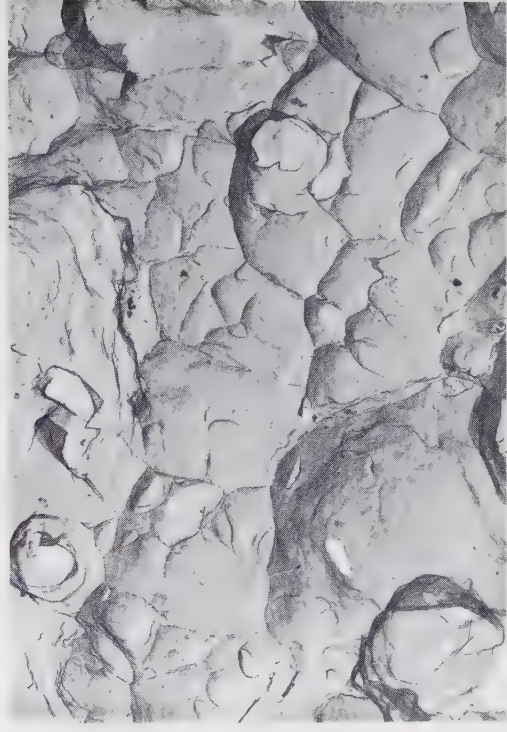
Coupe longitudinale échantillon 20 : figures d'attaque X150



Surface d'adhésion échantillon 23 après décohésion X4500



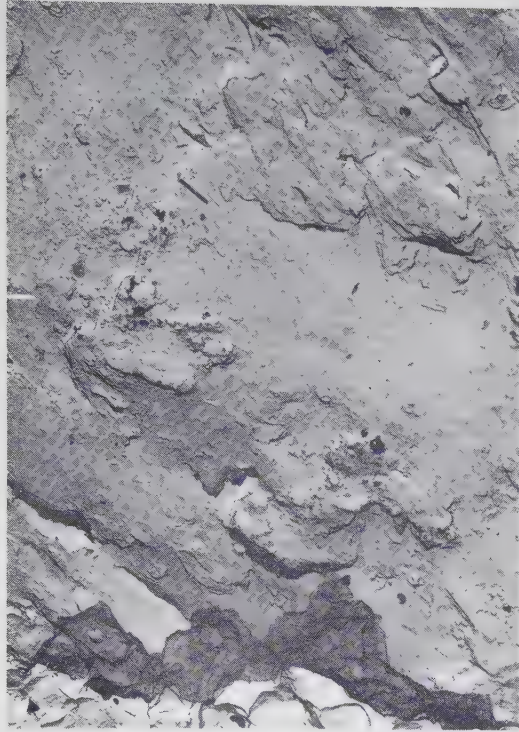
Coupe longitudinale échantillon 20 : figures d'attaque X150



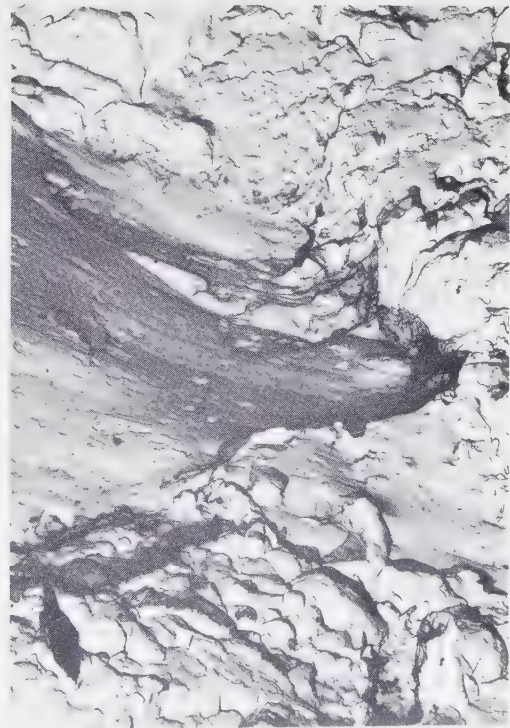
Surface d'adhésion échantillon 23 après décohésion X10.600



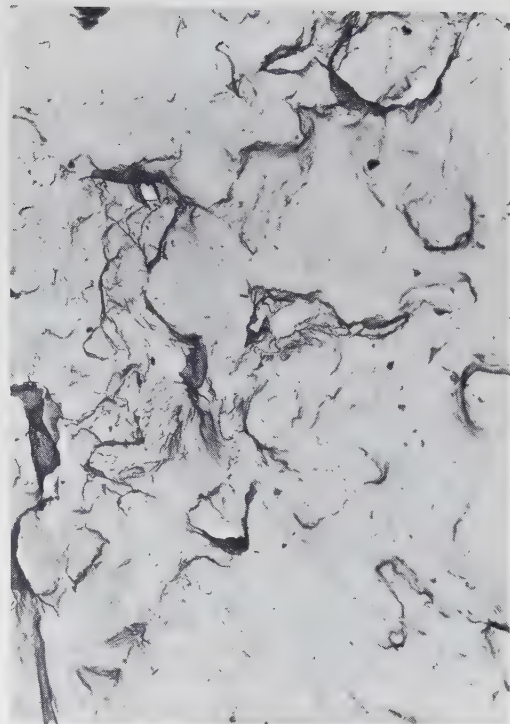
Surface d'adhésion échantillon 23 après décohésion X10.600



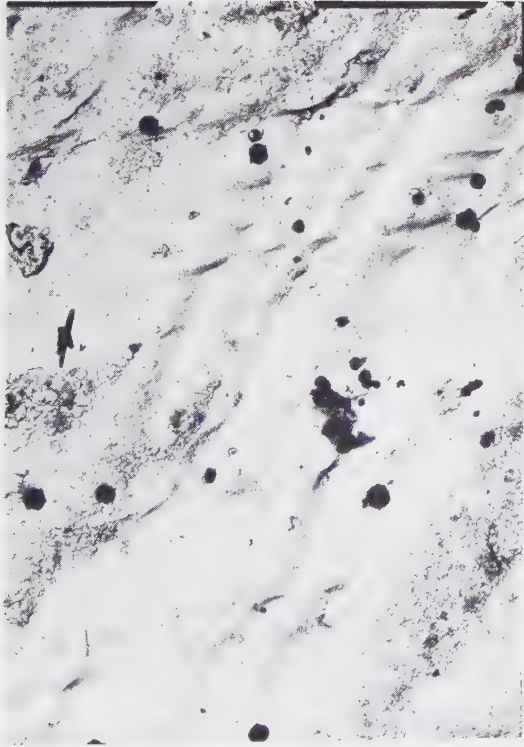
Surface d'adhésion échantillon 23 après décohésion X4500



Surface d'adhésion échantillon 23 après décohésion X4500



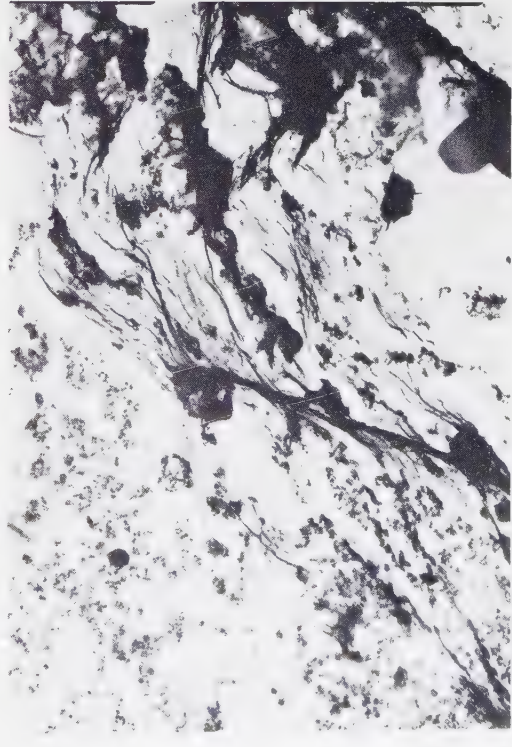
Surface d'adhésion échantillon 23 après décohésion X5400



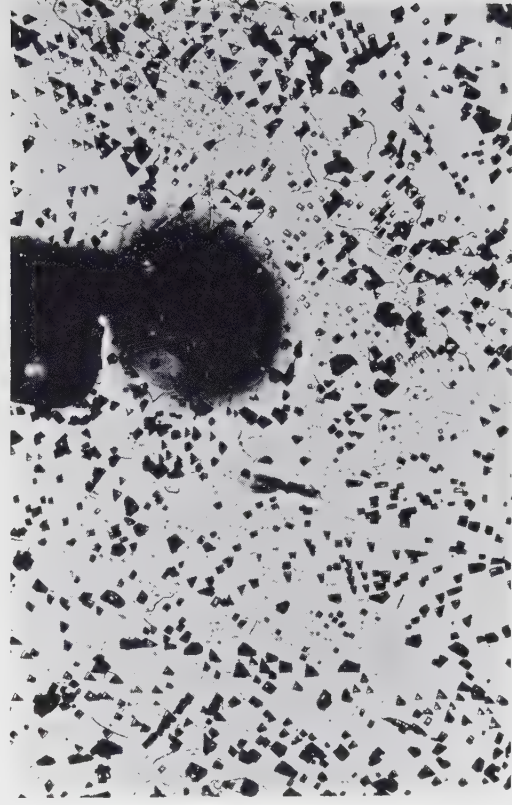
Glissements déviés sur la surface latérale de l'échantillon 24 X5400
au niveau de l'interface



Coupe longitudinale échantillon 25 X11,5



Trace d'une fissure sur la surface latérale de l'échantillon 24 X13700
au niveau de l'interface



Bord d'une coupe longitudinale de l'échantillon 25 X150
Figures d'attaque



Coupe longitudinale de l'échantillon 25 le joint d'adhésion X300

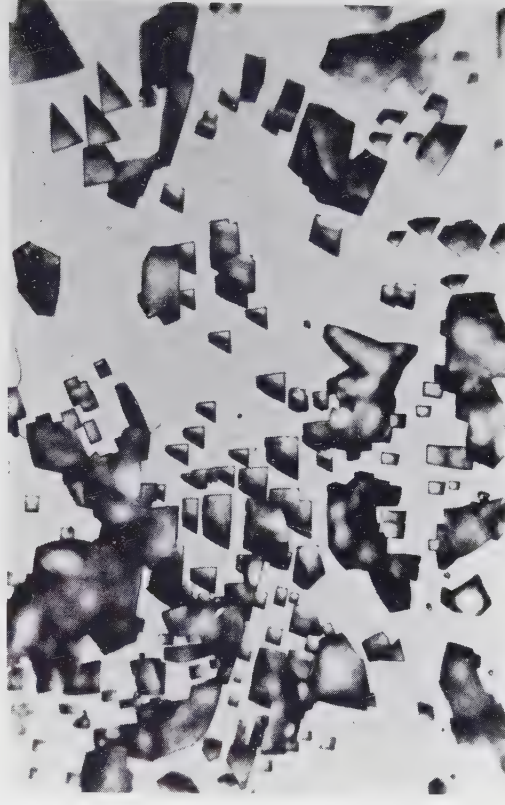


Coupe longitudinale de la zone interfaciale échantillon 25 X300

Figures d'attaque



Bord de la zone d'adhésion de l'échantillon 25 en coupe longitudinale X300



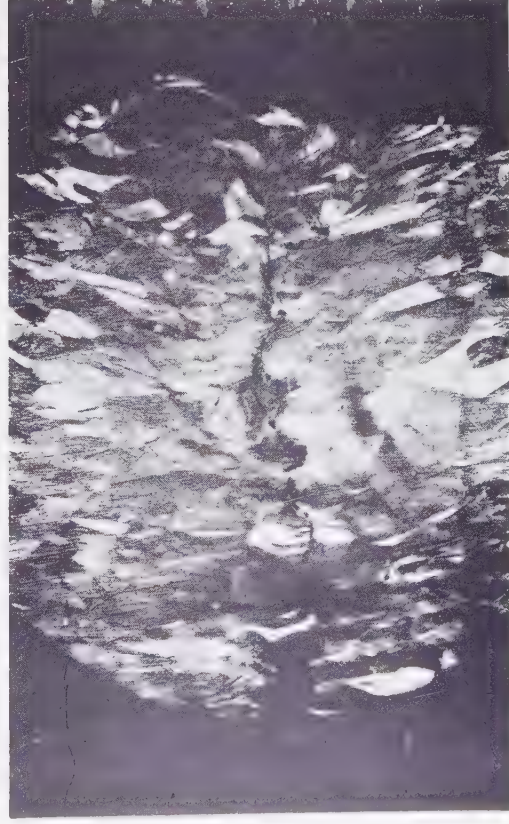
Détail de la zone interfaciale de l'échantillon 25 X610



Coupe longitudinale de l'échantillon 26 X23



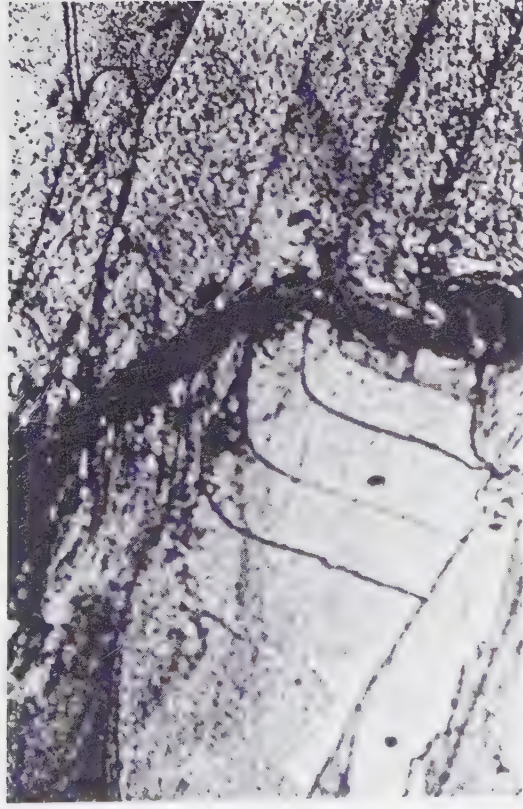
Echantillon 26
Détail du bord de la zone d'adhésion en coupe longitudinale X75



Révélation du grain de l'échantillon 26 X23



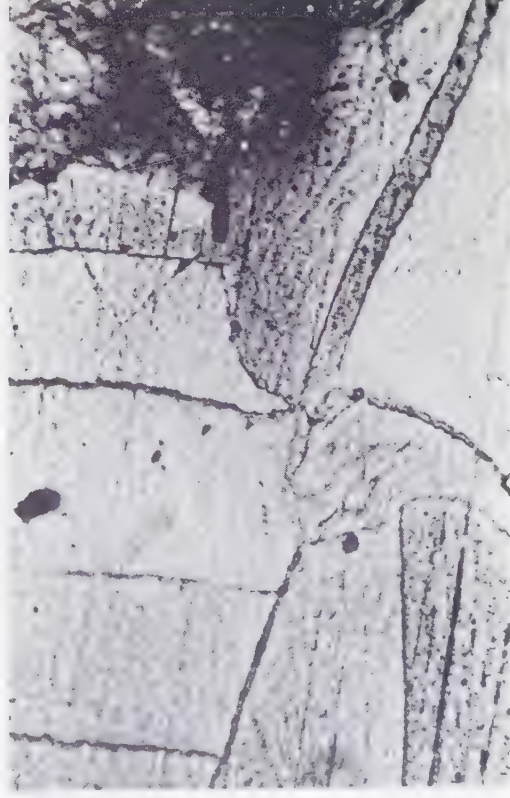
Echantillon 26
Détail de la zone interfaciale en coupe longitudinale X75



Zone interfaciale de l'échantillon 26. Coupe longitudinale X300



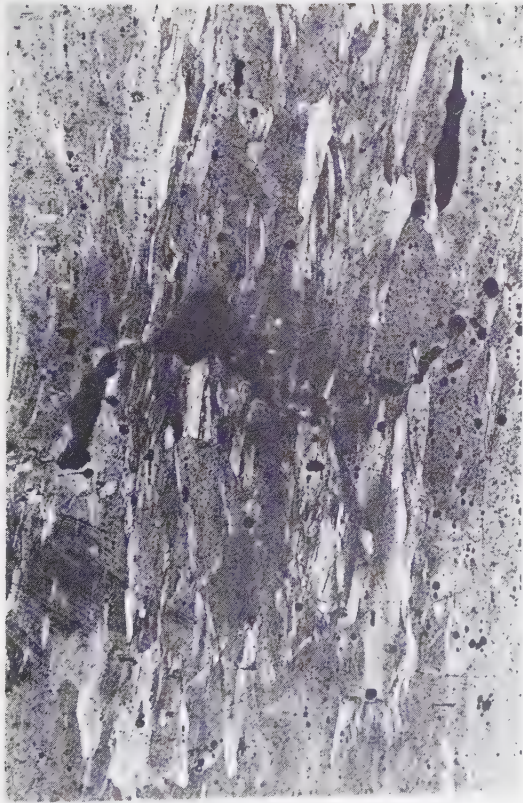
Détail de la zone interfaciale de l'échantillon 26 X300



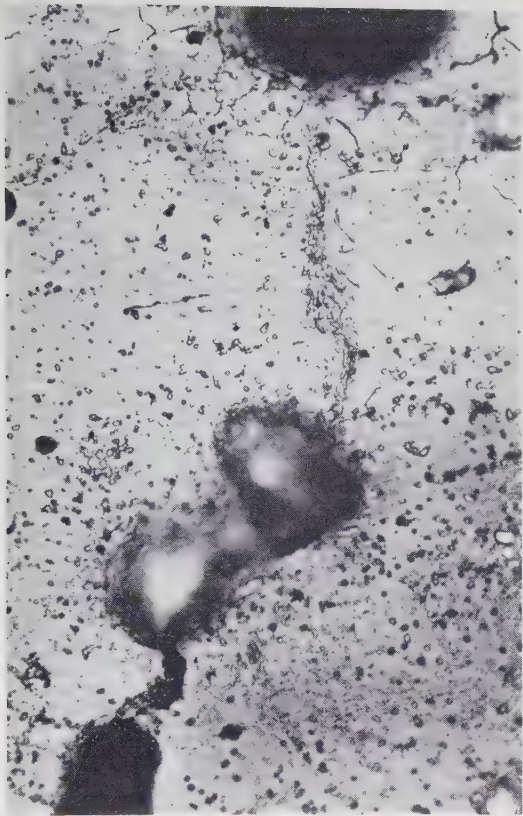
Echantillon 26. Détail zone interfaciale en coupe longitudinale X610



Révélation du grain échantillon 28. Coupe longitudinale X23



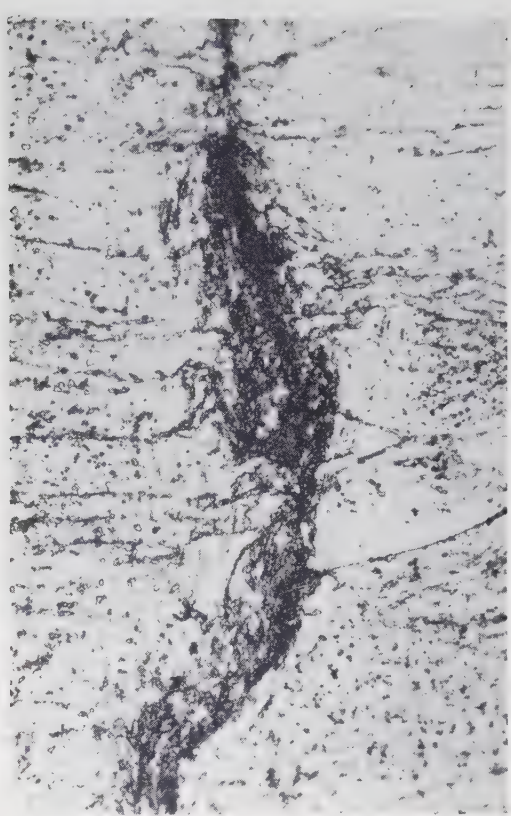
Détail révélation du grain échantillon 28 150X



Détail zone interfaciale échantillon 28 X760



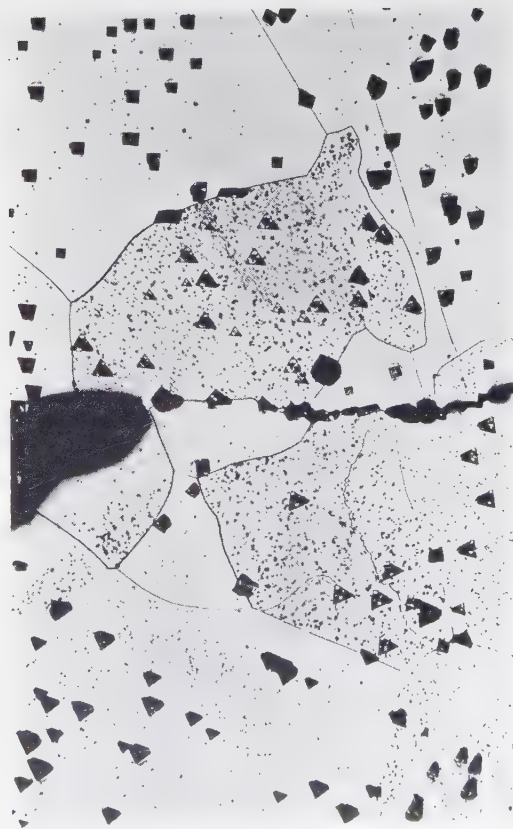
Détail zone interfaciale échantillon 28 X422



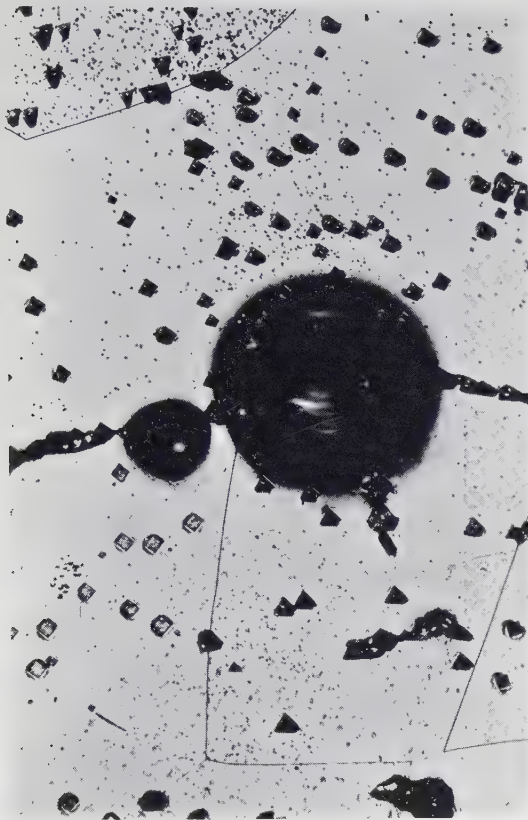
Détail zone interfaciale échantillon 28 760X



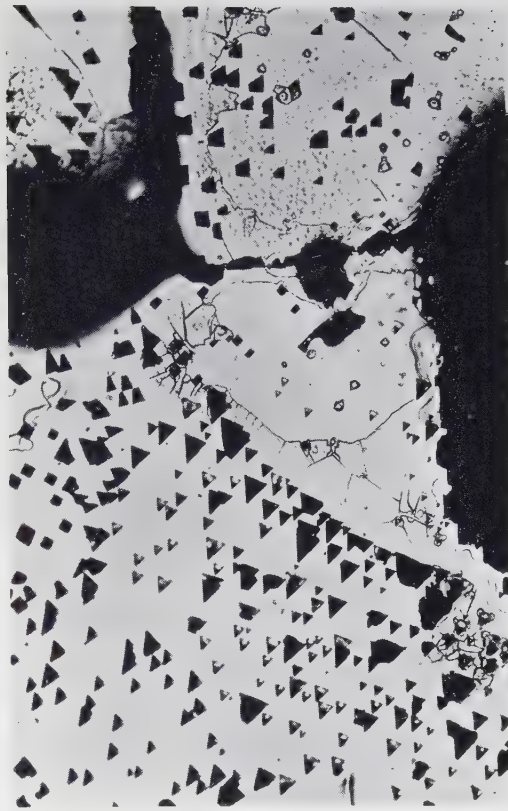
Détail zone interfaciale échantillon 30 Figures d'attaque X150



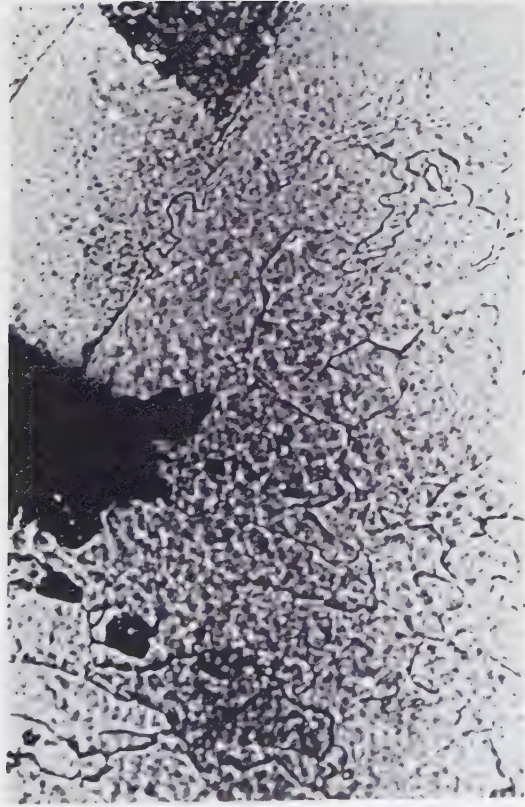
Zone interfaciale échantillon 30 détail X150



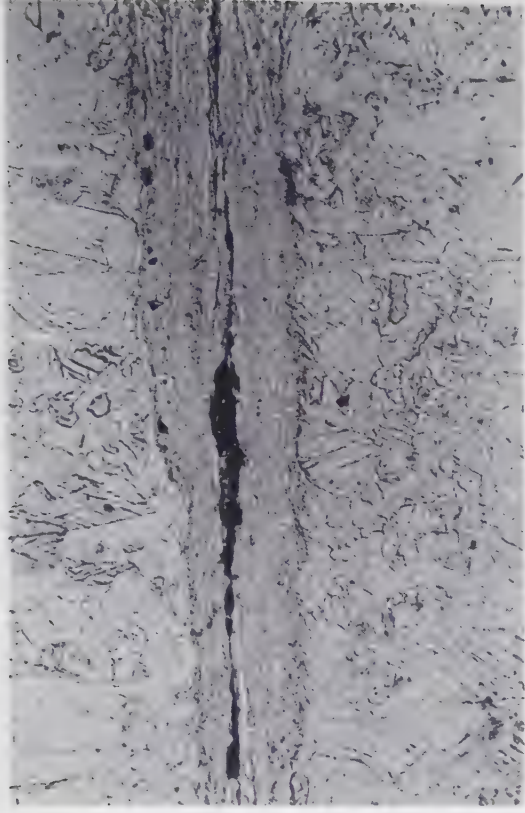
Détail zone interfaciale échantillon 30 X150



Bord de la zone interfaciale de l'échantillon 30 X150



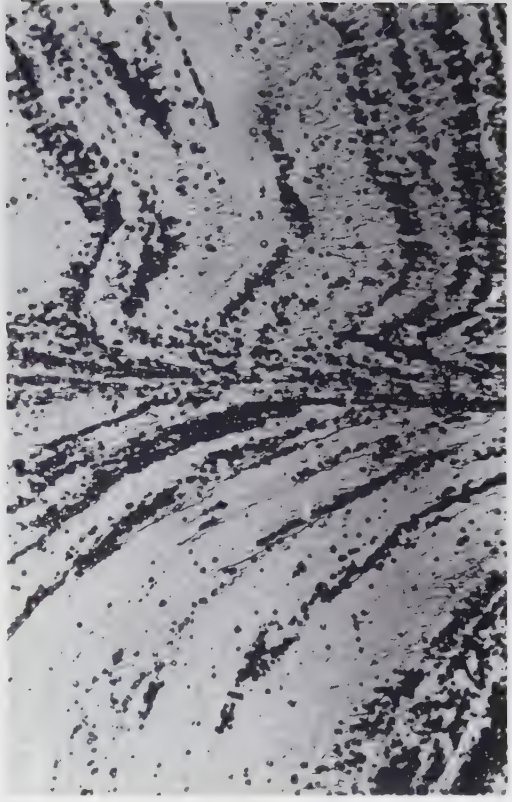
Coupe longitudinale échantillon 33 X150



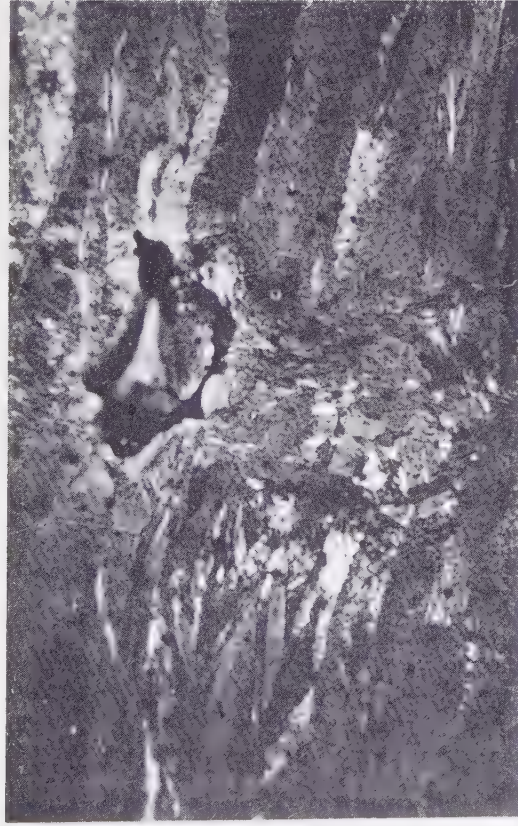
Zone d'adhésion échantillon 61 scié in situ X422
(à comparer à photo ci-dessous)



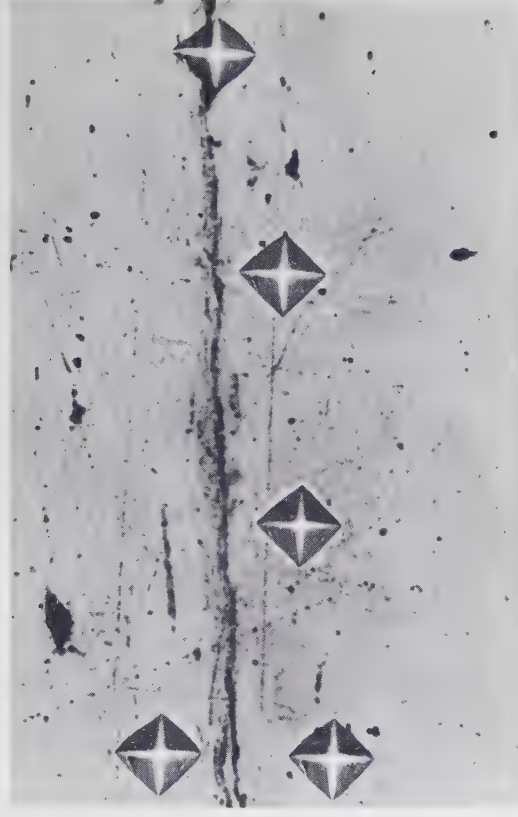
Mise en évidence du grain échantillon 52 X23



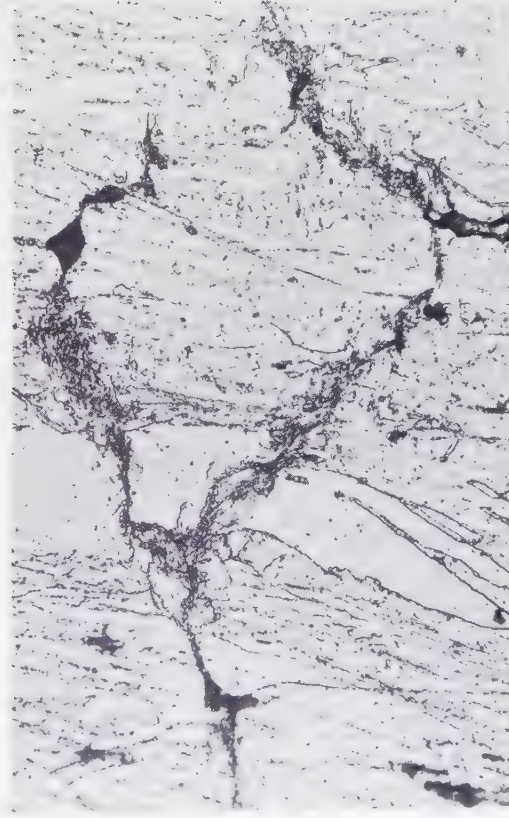
Détail déformation zone d'adhésion échantillon 52 X300



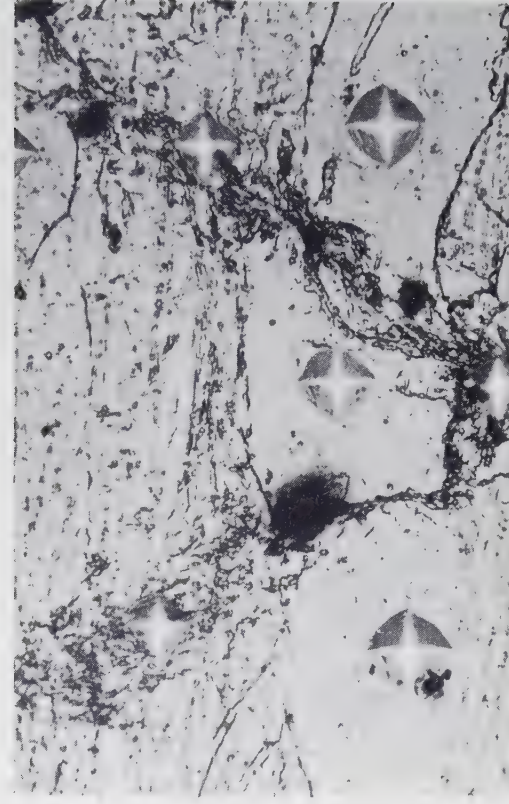
Détail zone d'adhésion échantillon 36 X422



Microdureté sur échantillon scié 61 X1000
(à comparer à photo ci-dessous)



Détail zone d'adhésion échantillon 40 X760



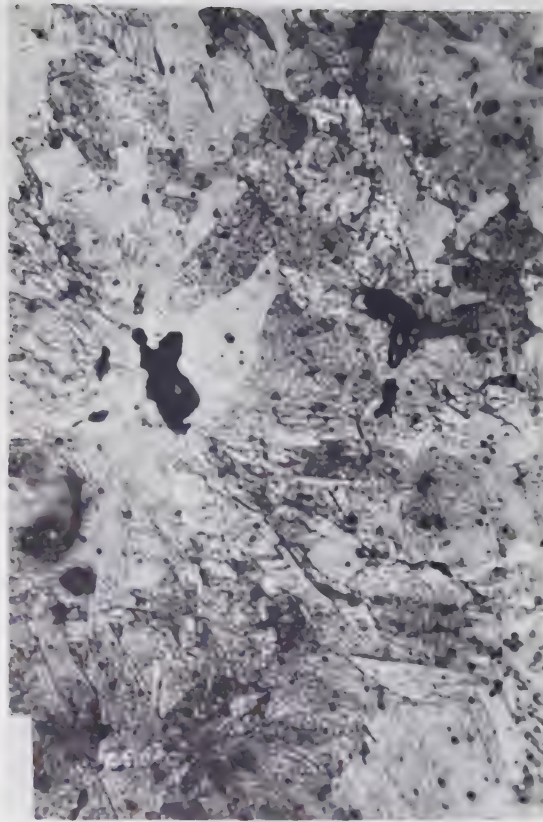
Echantillon 40 : Microdureté sur la zone représentée ci-contre



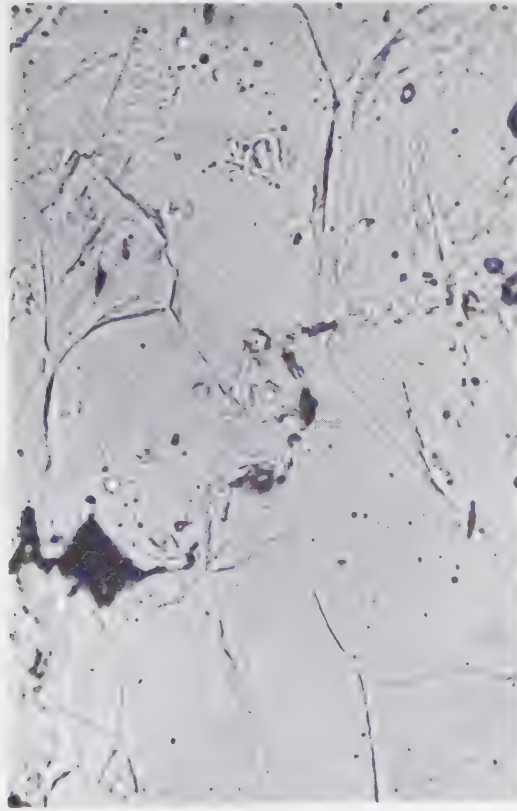
Zone d'adhésion échantillon 42 X48



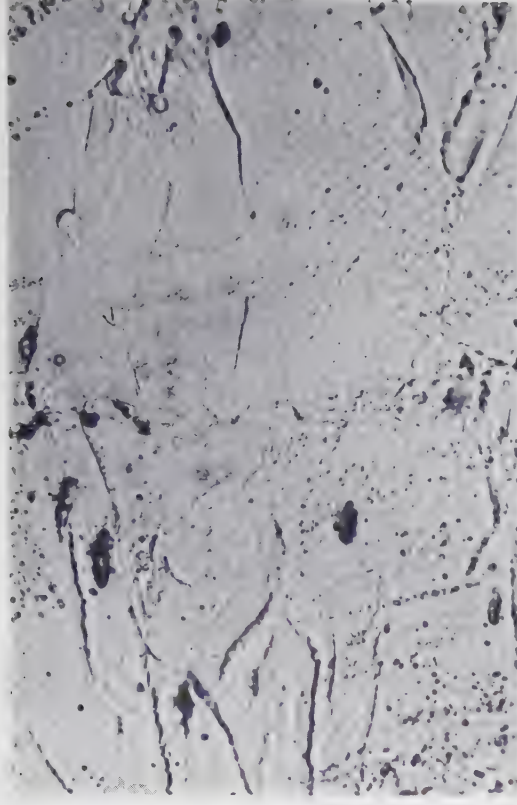
Détail zone d'adhésion échantillon 42 X422



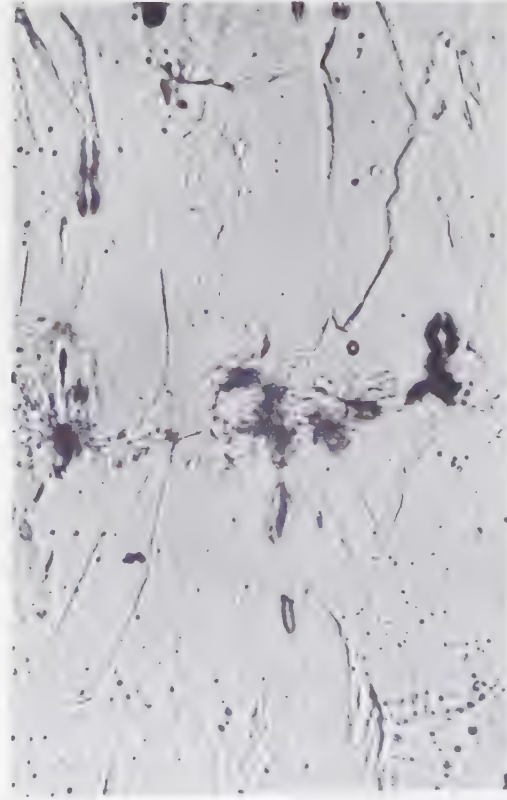
Détail échantillon 42 X422



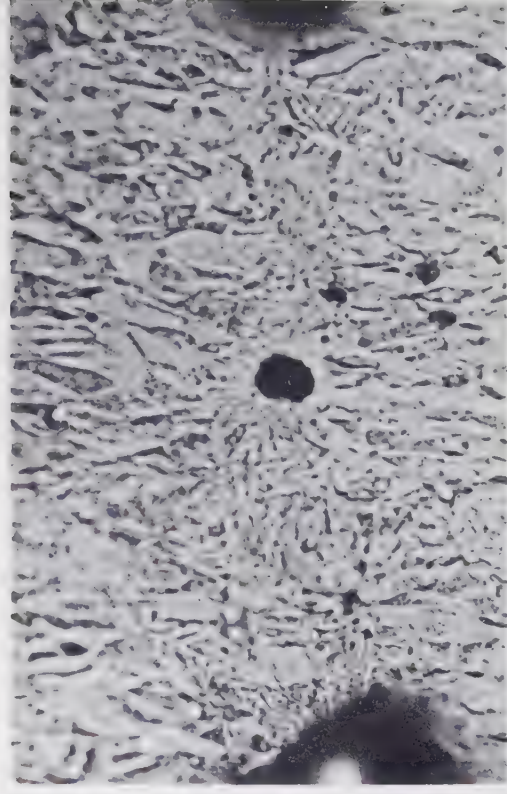
Détail zone d'adhésion échantillon 45 X422



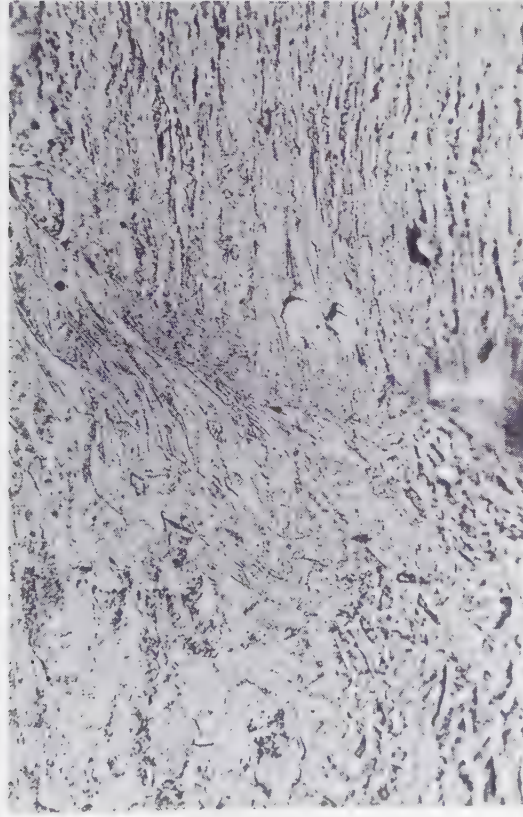
Détail zone d'adhésion échantillon 45 X422



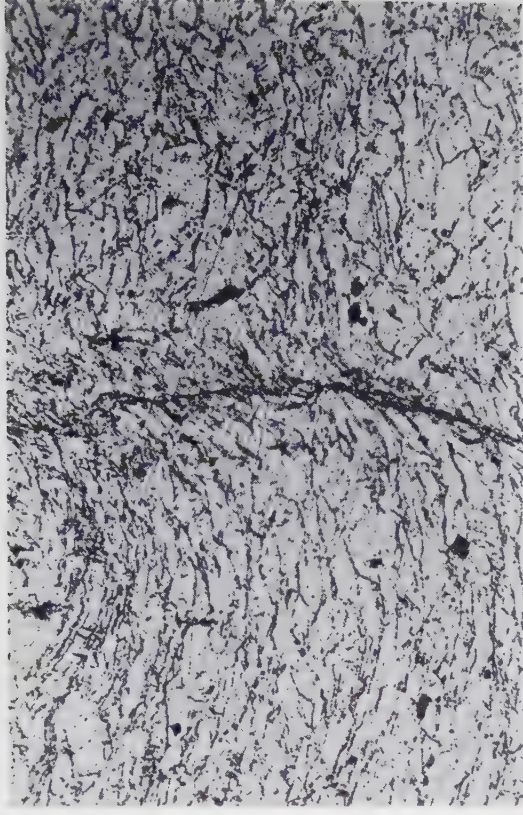
Détail zone d'adhésion échantillon 45 X422



Détail zone d'adhésion échantillon 41 X422



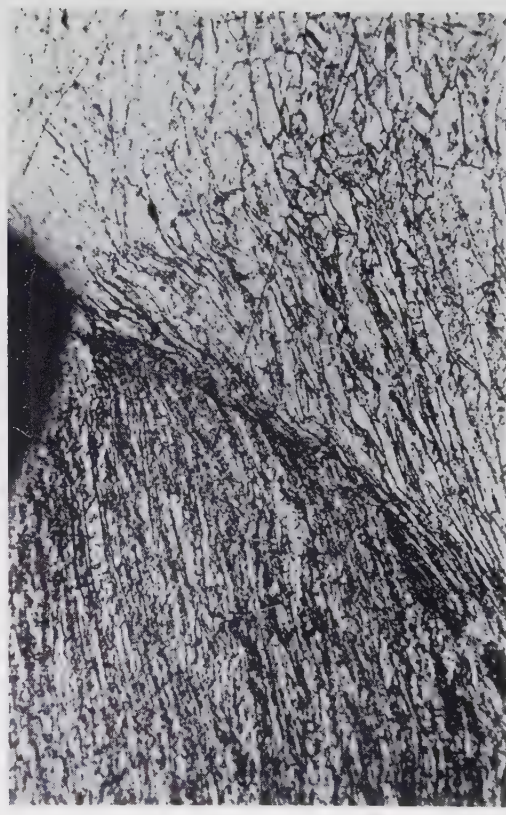
Détail zone d'adhésion échantillon 41 X422



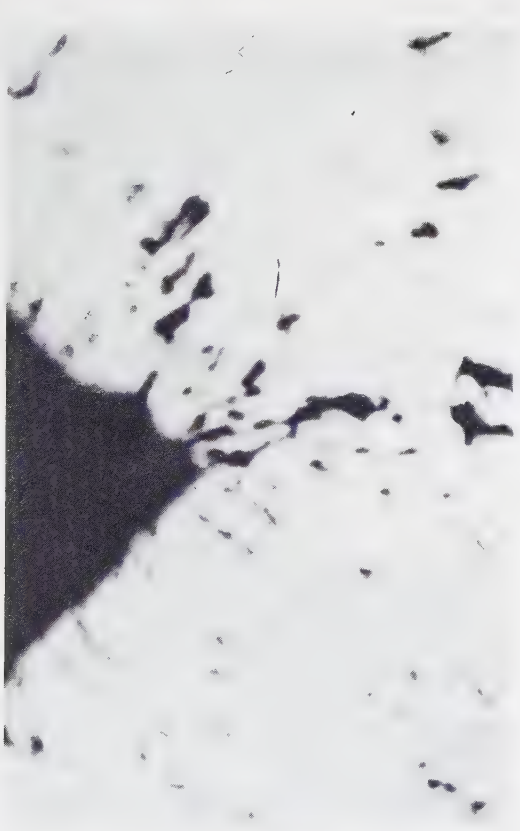
Zone d'adhésion échantillon 44 X422



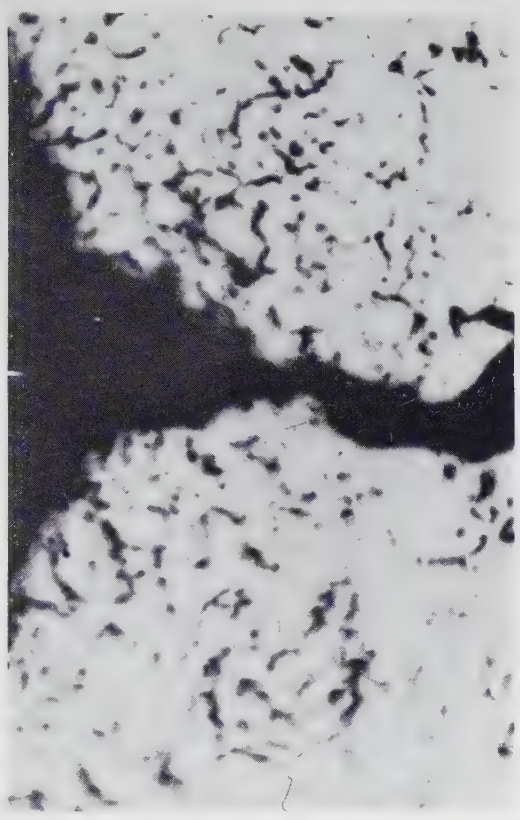
Coupe longitudinale zone d'adhésion échantillon 44 X422



Bord zone d'adhésion échantillon 44 X422



Bord zone d'adhésion échantillon 34 X150



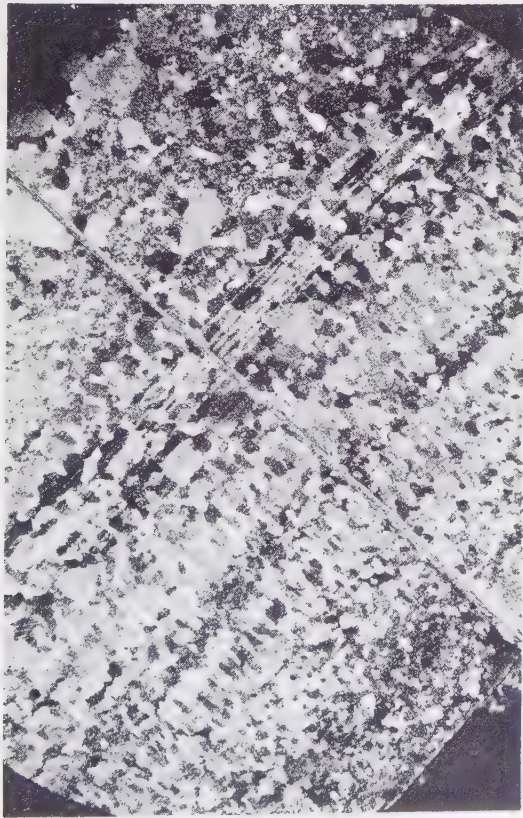
Bord zone d'adhésion échantillon 43 X150



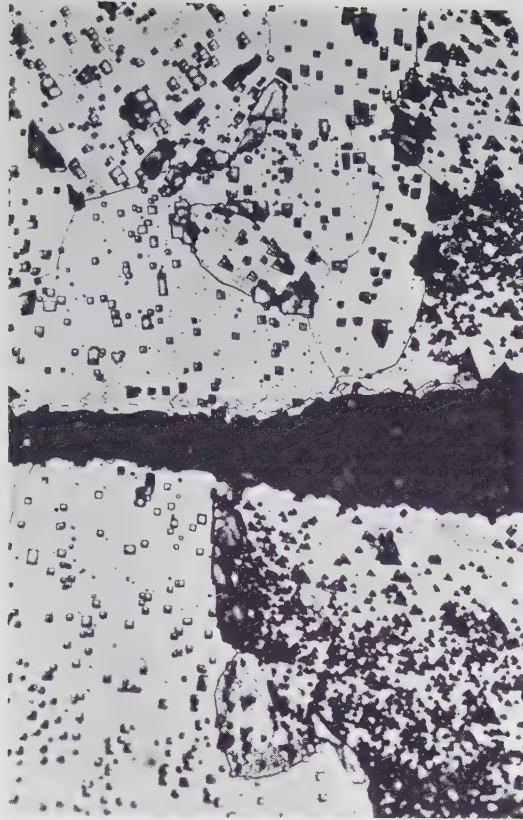
Centre de la zone d'adhésion de l'échantillon 34 X150



Centre zone d'adhésion échantillon 43 X150



Révélation du grain échantillon 50 X12



Figures d'attaque sur la zone d'adhésion de l'échantillon 54 X300



Figures d'attaque sur la zone d'adhésion de l'échantillon 50 X300



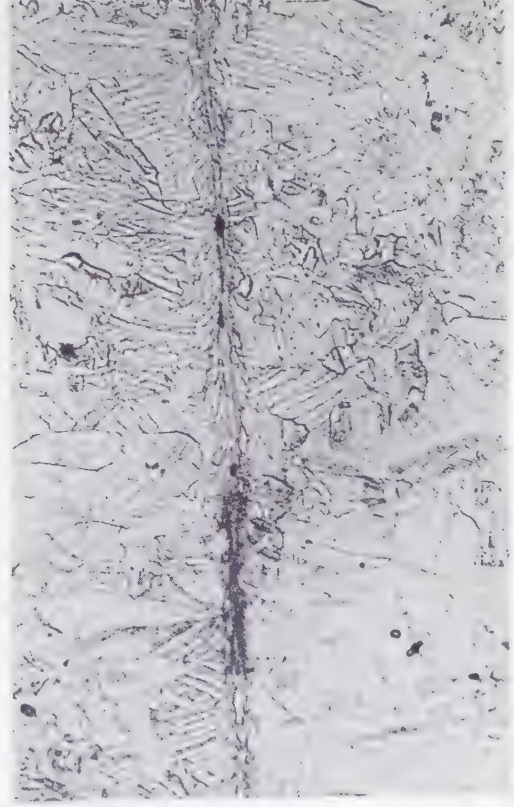
Figures d'attaque sur la zone d'adhésion de l'échantillon 54 X300



Bord de la zone d'adhésion échantillon 61 X422



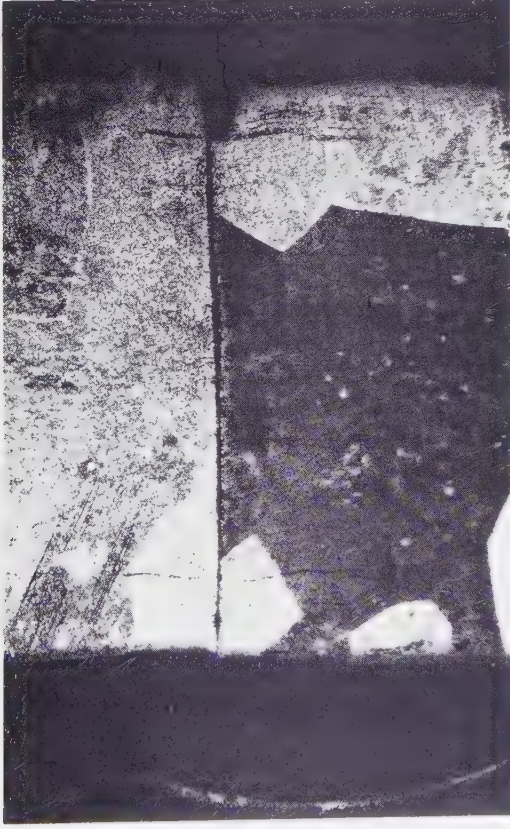
Microdureté sur la zone représentée ci-contre X1000



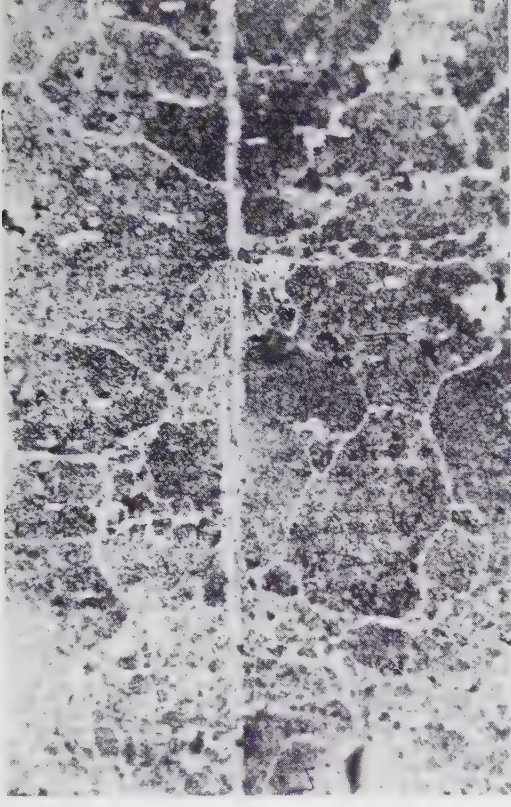
Centre de la zone d'adhésion échantillon 61 X422



Microdureté sur la zone représentée ci-contre X1000



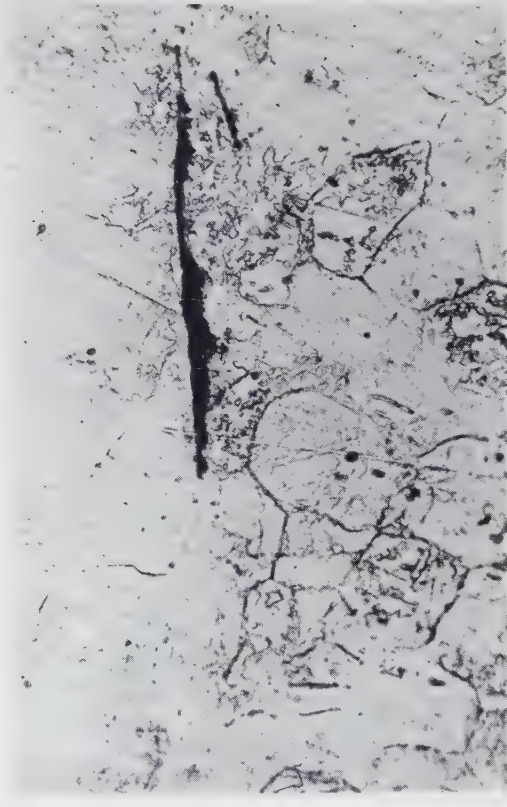
Révélation du grain sur coupe longitudinale échantillon 64 X12



Coupe longitudinale zone d'adhésion échantillon 58 X422



Figures d'attaque dans la zone sciage-adhésion échantillon 64 X150



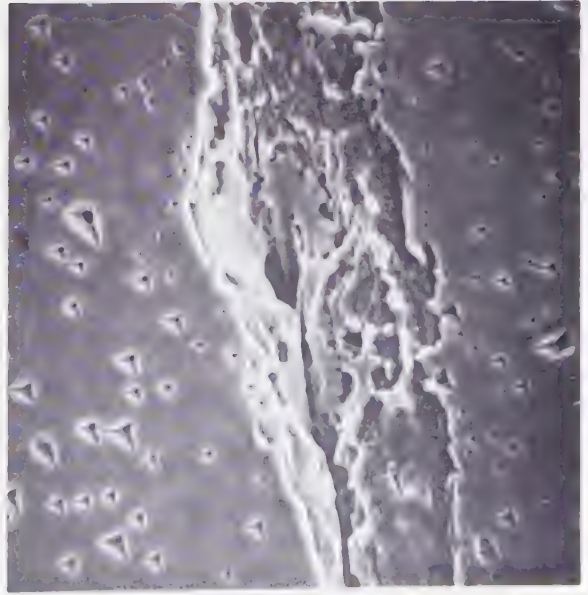
Coupe longitudinale zone d'adhésion échantillon 59 X422



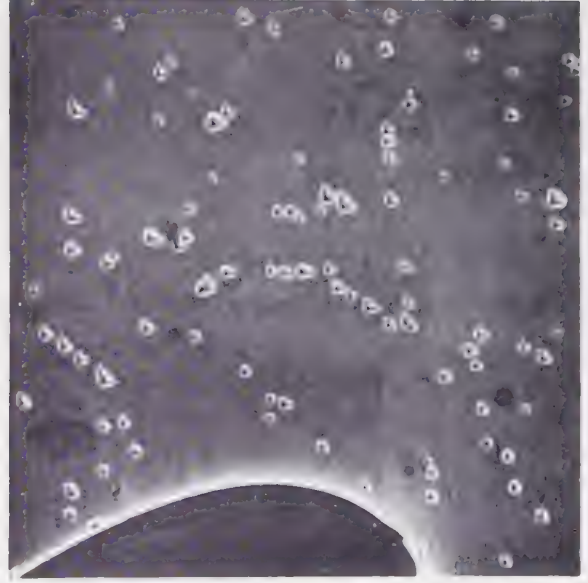
Coupe longitudinale échantillon 65 X23



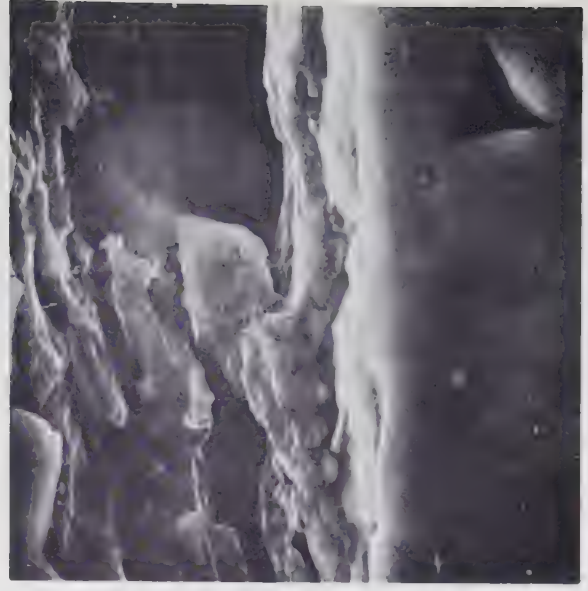
Figures d'attaque de part et d'autre de la fissure
zone d'adhésion échantillon 65 X300



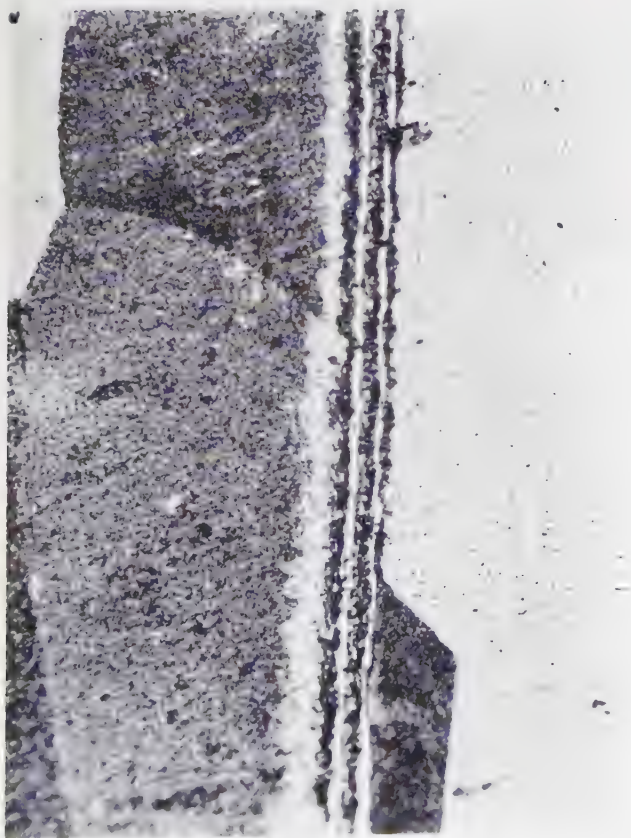
Figures d'attaque sur coupe longitudinale zone
d'adhésion échantillon 65 X350



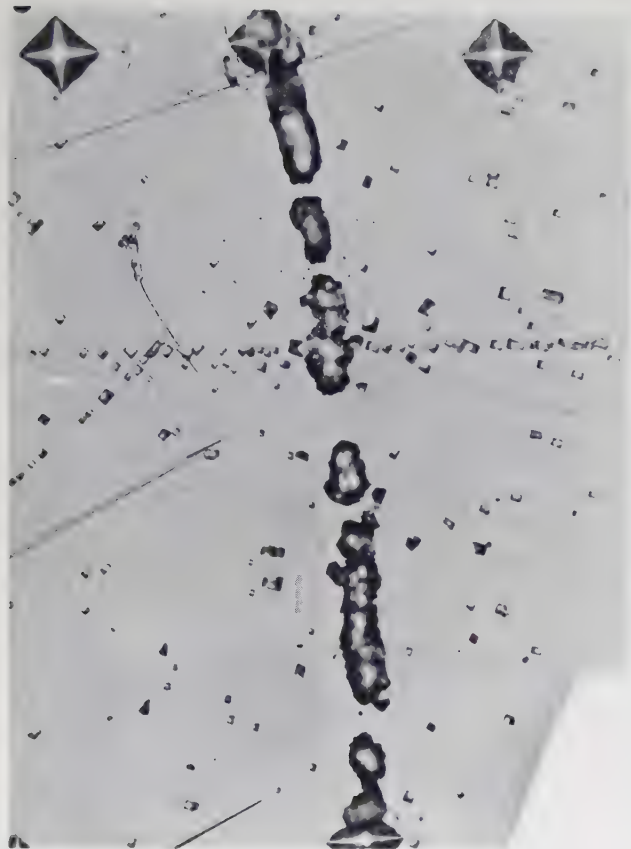
Bord fissure zone d'adhésion échantillon 65 :
figures d'attaque X150



Extrémité fissure zone d'adhésion échantillon 65
après attaque X1500



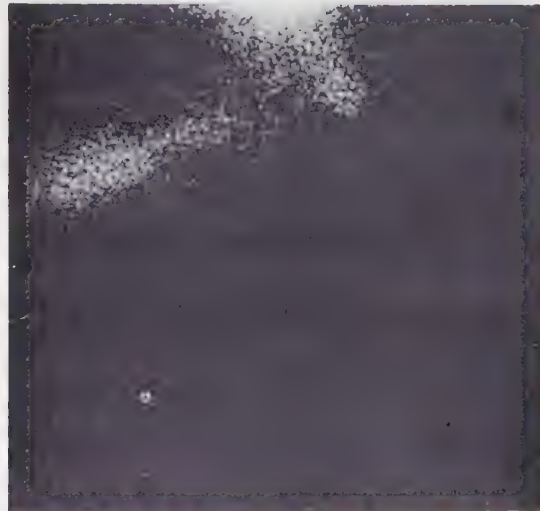
Révélation du grain coupe zone d'adhésion
échantillon 60 X165



Figures d'attaque zone d'adhésion échantillon 60 X500



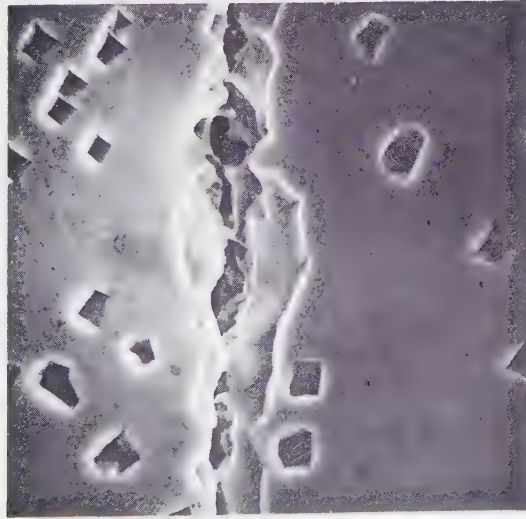
Balayage X titane microsonde X2250 sur
coupe longitudinale échantillon 60



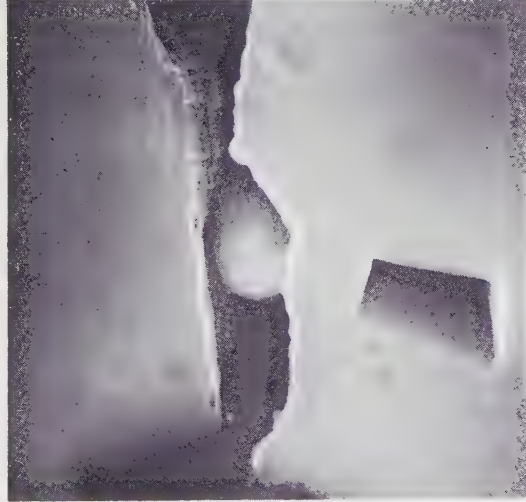
Fin du dépôt visible en balayage X sur coupe
longitudinale échantillon 60 X2250



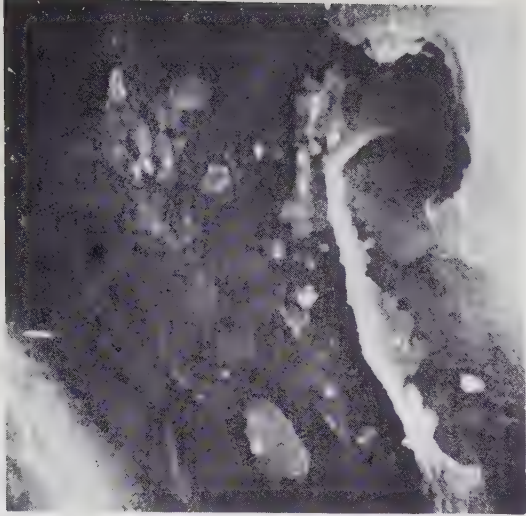
Coupe longitudinale du dépôt de titane sur la
surface d'adhésion échantillon 60 X3700
— microscope à balayage —



Figures d'attaque zone d'adhésion
échantillon 62 — microscope à balayage —
X650



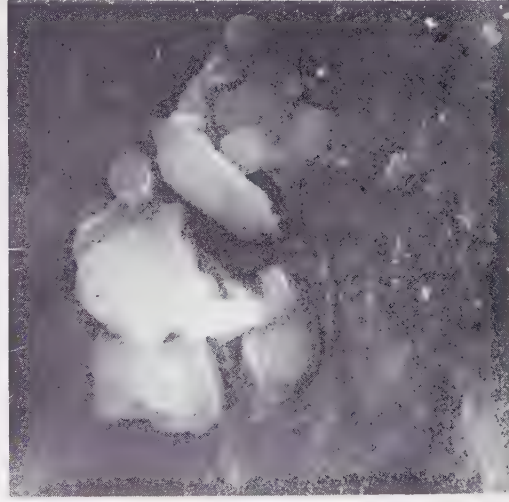
Attaque zone d'adhésion échantillon 62
X7000



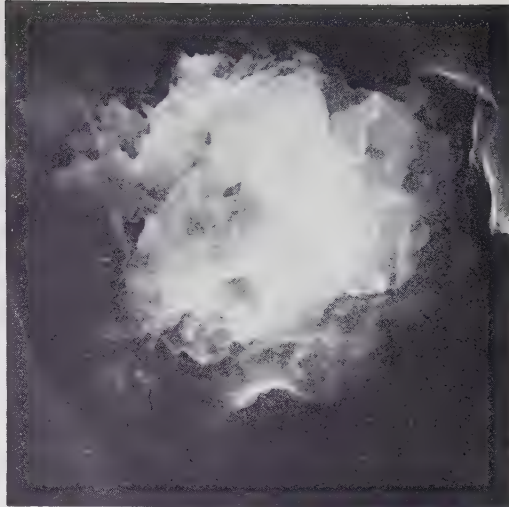
Traces titane zone d'adhésion échantillon 62
X7000



Traces titane zone d'adhésion échantillon 62
Coupe longitudinale X7000



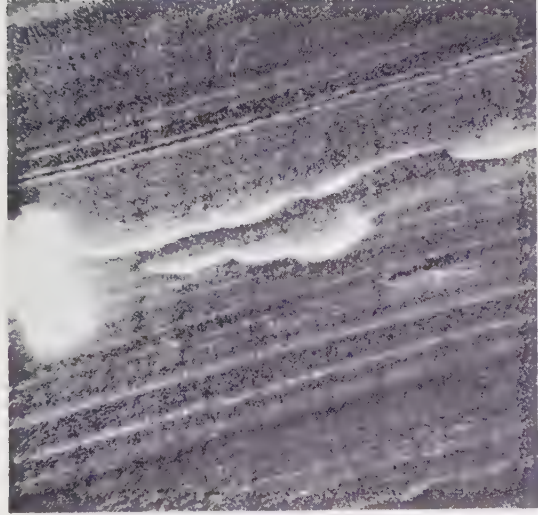
Traces titane zone d'adhésion échantillon 62
X7000



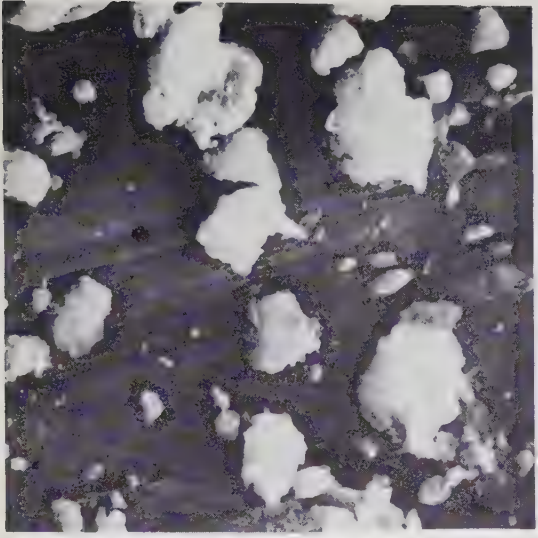
Zone d'adhésion échantillon 62
— microscope à balayage — X3500



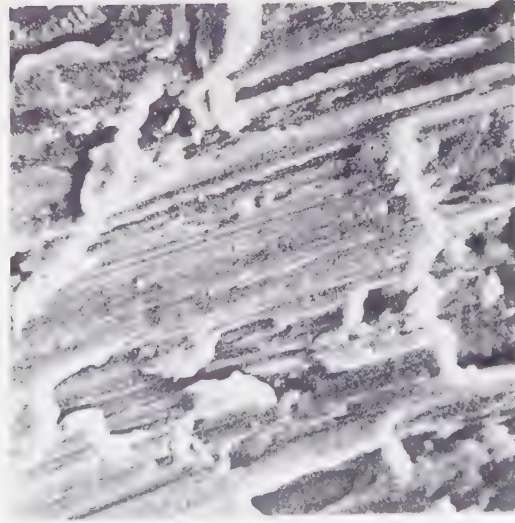
Titane sur surface d'adhésion échantillon 66
après décohesion X1500
— microscope à balayage —



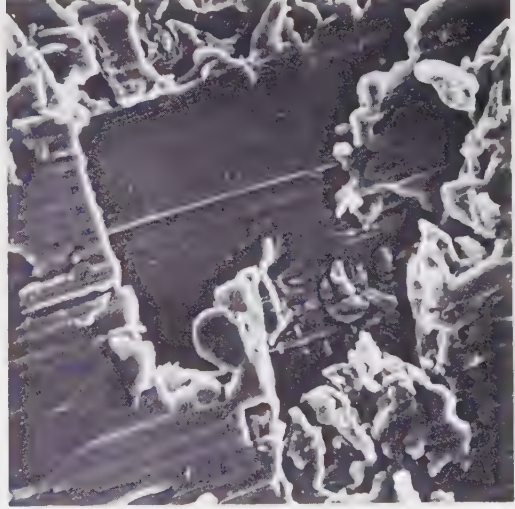
Titane sur surface d'adhésion échantillon 66
X15.000



Titane sur surface d'adhésion échantillon 66
X15.000



Titane sur surface d'adhésion échantillon 66
X700



Titane sur surface d'adhésion échantillon 66
X400



Titane sur surface d'adhésion échantillon 66
X1500

NOM DE L'ETUDIANT : DESALOS Yves

Nature de la thèse : Docteur ès Sciences Physiques

Vu, Approuvé

et Permis d'imprimer

NANCY, le 31 Juillet 1970

Le Doyen,




J. AUBRY

